



SEP

SES

TecNM

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TOLUCA

**“SORCIÓN DE AMARILLO 5 (TARTRAZINA) DE SOLUCIONES
UTILIZANDO HIDRÓXIDO DOBLE LAMINAR DE NÍQUEL-
ALUMINIO Y SU COMPOSITO CON QUITOSANO”**

**TITULACIÓN INTEGRAL
TESIS PROFESIONAL**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO QUÍMICO**

**PRESENTA:
JUAN JESÚS GÓMEZ ESPINOZA
No. CONTROL:
13280563**

**ASESOR:
DRA. MARÍA DE LA LUZ JIMÉNEZ NÚÑEZ
CO-ASESOR:
DRA. ROSA ELVIRA ZAVALA ARCE**

METEPEC, ESTADO DE MÉXICO, ABRIL DE 2022

Instituto Tecnológico de Toluca
Departamento de Ingeniería Química y Bioquímica

Metepec, Méx., 01/abril/ 2022
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA Y BIOQUÍMICA
D.I.Q.B 340-239/2022

FÍS. NELSON GARCÍA GARCÍA
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS PROFESIONALES
PRESENTE

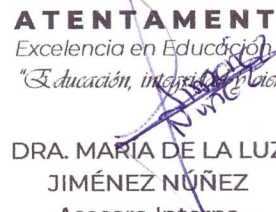
Por este medio le informo a usted, que ha sido liberado el siguiente proyecto para la Opción de Titulación Integral.

Nombre de (la,el) egresad (a,o)	JUAN JESÚS GÓMEZ ESPINOZA
Carrera	INGENIERÍA QUÍMICA
No. de Control	13280563
Nombre del Proyecto	"SORCIÓN DE AMARILLO 5 (TARTRAZINA) DE SOLUCIONES UTILIZANDO HIDRÓXIDO DOBLE LAMINAR DE NÍQUEL - ALUMINIO Y SU COMPOSITO CON QUITOSANO"
Producto	TITULACIÓN INTEGRAL: TESIS PROFESIONAL

Agradezco de antemano su valioso apoyo en esta importante actividad para la formación profesional de nuestros egresados.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica
"Educación, integridad y eficiencia"


DRA. MARIA DE LA LUZ
JIMÉNEZ NÚÑEZ
Asesora Interna


DRA. ROSA ELVIRA
ZAVALA ARCE
Co-Asesora


M. en C. TERESA
SORIANO AGUILAR
Revisora


DRA. BEATRIZ MAGDALENA
MILLÁN OLVERA
Revisora


Mtro. ELIZABETH VILLAGÓMEZ GUEVARA
JEFE DEL DEPARTAMENTO

EVG*stt



Av. Tecnológico S/N, Col. Agrícola Bellavista, C.P.52149, Metepec, Edo. de México. Tels. Dirección 722 208 72 05, Subd. Académica 722 208 7207, Subd. de Planeación 208 7206, Subd. Administrativa 722 208 7208, Conmut. 722 208 72 00, e-mail: info@toluca.tecnm.mx. tecnm.mx | toluca.tecnm.mx



2022 Flores
Año de Magón

AGRADECIMIENTOS

Primeramente, a Dios que me dio la vida y conocimiento para llegar hasta aquí.

A mi Madre Carmen que desde el momento en que nací fue mi primera maestra en la vida.

A mi hermana Miriam que me apoyo cuando no sabía nada y me dio la inspiración que necesitaba.

A mi sobrina Valeria, que cuando vi la oscuridad y desesperación llego a alumbrar mi vida.

A mis padrinos Pánfilo Elizalde, Víctor Espinoza y Rodolfo Elizalde que me apoyaron cuando más lo necesite.

Al Instituto Tecnológico de Toluca, que me dio un segundo hogar y un espacio para lograr esto.

Al DEPI, que me brindo una oportunidad de aprender, crecer y desarrollar nuevas habilidades durante mi formación.

A los doctores que conocí a lo largo de mi formación como la Dra. María de la Luz Jiménez Núñez, las Dras., Beatriz Magdalena Millán Olvera, Beatriz García Gaitán, Rosa Elvira Zavala Arce, Guadalupe Macedo Miranda a los Dres. José Luis García Rivas, Alfredo García González, Vicente Vallejo Puerta, Manuel Antonio Borja Salin, Pedro Ibarra Escutia, Omar Alberto Hernández Aguirre, Alfredo García Mendieta a todos muchas gracias.

A los trabajadores del LIIA, I.Q. Martha Manjarrez Olvera, I.Q. Enrique Aguirre Miranda y Q.F.B. María de Jesús González Hernández gracias por brindarme el espacio, apoyo y conocimiento para este trabajo.

A los docentes del Departamento de Ingeniería Química y Bioquímica que aportaron un pequeño granito de arena mucho muy importante en mi formación: a las M.T.E. Ivonne V. Cortes García, Yenissei Melissa Hernández Castañeda, María Guadalupe Osorno Millán, a los Ingenieros Fernando Plata Gaona, Alejandro Aguirre Carbajal y Armando Baeza Barrera quienes me enseñaron y ayudaron a superar grandes criterios que me ayudaron a crecer.

A la M.T.E. Leticia E. Colón Izquierdo (†), que depositó su confianza en mí y compartió muchas de sus experiencias conmigo que me ayudaron a crecer en mis trabajos, muchas gracias.

A las personas que hicieron posible este trabajo, Argelia Valle Campo, Maytelly Gabriela Orozco Lua, Daniel Becerril Magaña, Fernanda Hernández Guzmán, Diana Escobar Garduño y al M.C.I.A. Armando Eduardo López Velasco a todos muchas gracias.

A mis amigos, que a pesar de que son pocos todos y cada uno de ellos me brindo un poco de sus conocimientos y experiencias, que me ayudaron a madurar y estar en calma cuando todo es difícil a amigos como, Perla González Romero que siempre me hizo poner los pies en la tierra cuando más lo necesite y me dio entusiasmo y fuerzas para terminar, Víctor Campos Serrano que me enseñó aunque la distancia y el tiempo nos separe los verdaderos amigos siempre quedan, Felicitas Bernal Santos, José Abraham Plata Reyes y Leandro Flores Bernal que me ayudaron a aterrizar y tomar mis decisiones y me enseñaron que hay familias que no importa que no sean de sangre pero si de vida, a Sofía Diaz Palma, Rogelio Mayorido Peña, Arturo Torres Bernal, José Antonio Reyes Cazarez y Lorenzo Soto Alcántara que me brindaron alegría y confianza durante toda la carrera, a todos ellos muchas gracias.

Y sobre todo a una persona que desafortunadamente ya no está conmigo, pero durante el tiempo que estuvo aquí me enseñó a ser una persona de bien, que me corrigió cuando era necesario, que me enseñó que a pesar de todo nunca debo detenerme, que a pesar de que las cosas estén mal tienes que seguir adelante, que siempre vivió y trabajo para que no me faltara nada para mi educación a pesar de los problemas y peleas que teníamos siempre me ayudo y apoyo en todo, gracias, papá Juan Gómez Vences (†).

RESUMEN

En la actualidad existen una gran cantidad de contaminantes de agua, proveniente de diversos procesos industriales, por ende, el tratamiento de agua residual es mucho muy importante, ya que este recurso es vital para todos los seres vivos en el planeta.

Debido a la excesiva contaminación de agua, se ha visto en la necesidad de investigar nuevos materiales para el tratamiento de agua residual, ya que en la mayoría de las ocasiones suele traer contaminantes como los son iones fluoruro, cloruro, carbonatos y metálicos, así como colorantes siendo estos últimos el objeto de estudios recientes.

Se han utilizado diversos materiales adsorbentes para la remoción de colorantes sintéticos, como Zeolitas, Carbón activado proveniente de diferentes materiales orgánicos y resinas de intercambio iónico.

La Tartrazina o Amarillo No. 5 es de los colorantes más comunes en el agua residual por ello en el presente trabajo se propone a los hidróxidos Dobles Laminares (HDL) como un nuevo material económico, fácil de sintetizar y como una nueva alternativa para la remoción de este colorante. Proponiendo el proceso de adsorción por lotes. El HDL-Ni-Al se sintetizó por el método de coprecipitación, posteriormente el material se molió tamizó con las mallas de 20-50, una vez obtenido el material se procedió a realizar el composito con quitosano y por último se caracterizó por Difracción de Rayos x (DRx).

Al tener sintetizado los materiales se procedió a realizar las pruebas de cinéticas de sorción donde se determinó que el material HDL-Ni-Al presenta una mayor capacidad de sorción en comparación del material HDL-Ni-Al-Q, consiguiendo reducir la concentración de Tartrazina de una concentración de 483 mg/L hasta 10.84 mg/L en las soluciones estudiadas.

ABSTRACT

Currently there are a large number of water contaminants, from various industrial processes, therefore, wastewater treatment is very important, since this resource is vital for all living beings on the planet.

Due to the excessive contamination of water, it has been necessary to investigate new materials for the treatment of residual water, since in most cases it usually brings contaminants such as fluoride, chloride, carbonate and metallic ions, as well as dyes, the latter being the object of recent studies.

Various adsorbent materials have been used for the removal of synthetic dyes, such as Zeolites, activated carbon from different organic materials and ion exchange resins.

Tartrazine or Yellow No. 5 is one of the most common dyes in wastewater, therefore, in the present work, Double Lamellar Hydroxides (HDL) are proposed as a new economic material, easy to synthesize and as a new alternative for the removal of this dye. Proposing the batch adsorption process. The HDL-Ni-Al was synthesized by the coprecipitation method, later the material was ground and sieved with 20-50 mesh, once the material was obtained, the composite was made with chitosan and finally it was characterized by Ray Diffraction. x (DRx).

When the materials were synthesized, the sorption kinetics tests were carried out where it was determined that the HDL-Ni-Al material has a greater sorption capacity compared to the HDL-Ni-Al-Q material, managing to reduce the concentration of Tartrazine. from a concentration of 483 mg/L to 10.84 mg/L in the solutions studied.

INDICE DE CONTENIDO

AGRADECIMIENTOS.....	i
RESUMEN.....	iii
ABSTRACT	iv
INDICE DE CONTENIDO	v
INTRODUCCIÓN	8
1. FUNDAMENTOS TEORICOS.....	9
1.1 COLORANTES.....	9
1.1.1 CLASIFICACIÓN DE LOS COLORANTES	9
1.1.2 COLORANTES NATURALES	9
1.1.3 COLORANTES SINTÉTICOS	10
1.1.4 TÉCNICAS DE CUANTIFICACIÓN PARA SOLUCIONES ACUOSAS COLOREADAS.....	12
1.2 INDUSTRIA ALIMENTARIA	12
1.2.1 AMARILLO NO. 5 (TARTRAZINA)	14
1.3 TECNOLOGIAS DE REMOCIÓN DE COLORANTES	15
1.4 HIDROXIDOS DOBLES LAMINARES (HDL)	15
1.4.1 APLICACIONES DE LOS HDL	17
1.5 QUITOSANO.....	18
1.5.1 HIDROGELES	19
1.5.2 ENTRECRUZAMIENTO.....	19
1.6 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	20
1.6.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)	21
1.6.2 ANÁLISIS MEB-EDS	23
1.6.3 DETERMINACIÓN DEL ÁREA ESPECÍFICA POR EL METODO BET	23
1.6.4 PUNTO DE CARGA CERO (PCC).....	24

1.7 ADSORCIÓN	24
1.7.1 CINETICA DE ADSORCIÓN.....	25
1.7.2 ADSORBENTES.....	27
1.7.3 EQUILIBRIO DE ADSORCIÓN	28
2. MÉTODO	31
3. DESARROLLO	32
3.1 SINTESIS DEL HDL-NI-AL.....	32
3.1.1 REACTIVOS	32
3.1.2 SINTESIS POR METODO DE COOPRECIPITACIÓN	32
3.2 SINTESIS DEL COMPOSITO HDL-NI-AL-Q	33
3.3 CARACTERIZACIÓN	33
3.3.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)	33
3.3.2 MORFOLOGÍA POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB-EDS)	34
3.3.3 PUNTO DE CARGA CERO (PCC).....	34
3.4 PRUEBAS RAPIDAS DE ADSORCIÓN	35
3.5 ESTUDIO DE SORCIÓN DE COLORANTE (TARTRAZINA).....	35
3.5.1 IDENTIFICACIÓN DE LONGITUD DE ONDA.....	35
3.5.2 CURVA DE CALIBRACIÓN	36
3.5.3 pH ÓPTIMO DE SORCIÓN.....	36
3.5.4 CINETICA DE ADSORCIÓN DE AMARILLO NO 5 CON HDL-NI-AL Y HDL-NI-AL- Q	37
4. RESULTADOS	38
4.1 SINTESIS DEL HDL-NI-AL.....	38
4.2 SINTESIS DEL COMPOSITO HDL-Ni-Al-Q.....	38
4.3 CARACTERIZACIÓN	39
4.3.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRx).....	39
4.3.2 MORFOLOGIA POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB).....	39

4.3.3 ANÁLISIS ELEMENTAL EDS	40
4.3.4 PUNTO DE CARGA CERO (PCC).....	42
4.3.4 PRUEBAS RAPIDA DE ADSORCIÓN.....	43
4.5 ESTUDIO DE SORCIÓN DEL COLORANTE (TARTRAZINA).....	44
4.5.1 IDENTIFICACIÓN DE LA LOGITUD DE ONDA	44
4.5.2 CURVA DE CALIBRACIÓN	44
4.5.3 pH ÓPTIMO DE SORCIÓN.....	45
4.5.4 CINETICA DE ADSORCIÓN DE AMARILLO NO 5 CON HDL-NI-AL y HDL-NI-AL- Q	46
CONCLUSIONES	47
RECOMENDACIONES	48
BIBLIOGRAFÍA.....	49

INTRODUCCIÓN

Desde principios de la revolución industrial se incrementó la contaminación de los recursos naturales como el aire, el suelo y el agua, siendo este último el más afectado.

El agua ha sido vital para todos los seres vivos desde el principio de los tiempos, pero desafortunadamente ha sido contaminado con diferentes sustancias como el flúor, cloro, metales pesados y colorantes como lo es el Amarillo No 5 (Tartrazina) al ser utilizado en la industria alimentaria.

La tartrazina es utilizada en la elaboración de diversos productos entre los que destacan:

- Bebidas con gas y sin gas.
- Botanas y snacks.
- Helados y sorbetes.
- Pastillas, gomas de mascar.
- Polvos para preparar bebidas.
- Pasteles.
- Pastas.
- Dulces.
- Suplementos alimenticios.

El color de los alimentos es muy importante para el consumidor ya que se encuentra atractivo al primer contacto que tienen con ellos y esto lo hace determinante para la aceptación o rechazo del producto, por esta causa, la Tartrazina es uno de los principales contaminantes del agua.

1. FUNDAMENTO TEORICO

1.1 COLORANTES

Son aquellas sustancias capaces de retener una determinada porción de luz visible que los atraviesa, de modo que presentan siempre el color resultante de las radiaciones que no absorben. En consecuencia, su color depende no solo del tipo de rayos luminosos que absorbe, sino también con la luz que son iluminados (Ramos, 2015). Pueden ser de origen natural o sintético.

1.1.1 CLASIFICACIÓN DE LOS COLORANTES

Los colorantes se clasifican en:

1.1.2 COLORANTES NATURALES

Son pigmentos que se encuentran en la naturaleza y se extraen por diferentes métodos y presentan algunas características como:

- Poder de tinción menor que los colorantes sintéticos, esto hace que se necesite más dosis de aplicación y que por tanto aumente el costo.
- Son más inestables a las diferencias de condiciones: pH, temperatura, humedad por mencionar algunas.
- No ofrecen una uniformidad de color tan clara como los sintéticos.
- Algunos además de influir en el color del alimento, también modifican el aroma y sabor de algunos productos
- Se degradan fácilmente en el medio ambiente

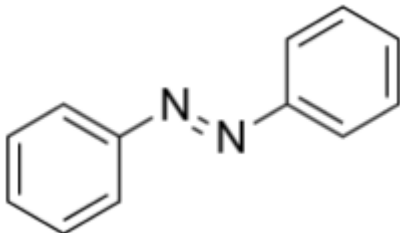
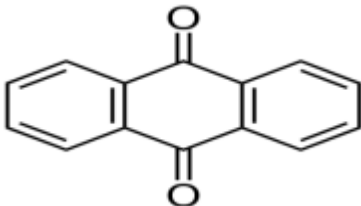
1.1.3 COLORANTES SINTÉTICOS

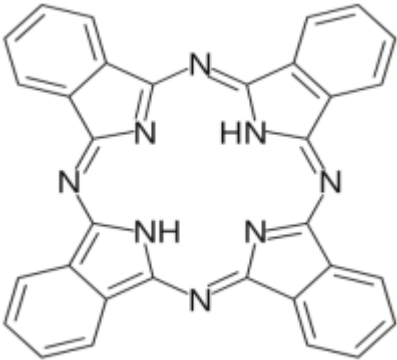
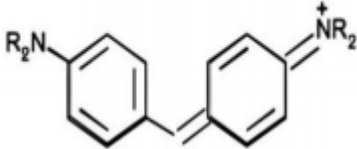
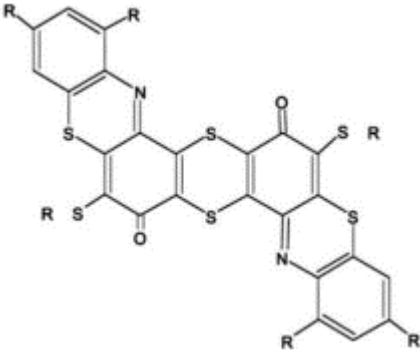
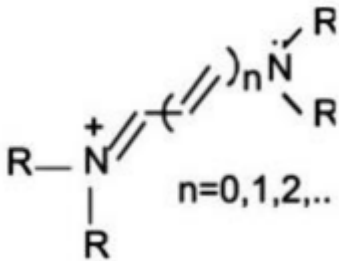
Son pigmentos obtenidos por síntesis química, son solubles en agua debido a la presencia de grupos de ácido sulfónico y son resistentes a los tratamientos térmicos, pH extremos y la luz, presentan las siguientes características.

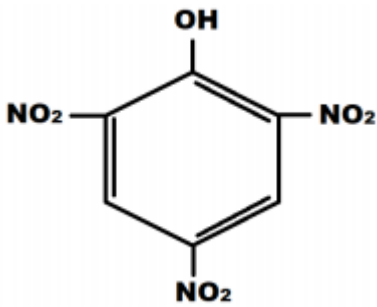
- Cubren toda la gama de colores.
- Son de más alta pureza que los colorantes naturales por lo que rinden más, con menor cantidad a menor costo.
- Son más estables a los cambios de condiciones del medio.
- Se obtienen en grandes cantidades.
- Ofrecen una mejor coloración al producto.

Se pueden clasificar por el grupo cromóforo presente en su estructura química. Esta clasificación se puede observar a continuación en la Tabla 1.1

Tabla 1.1: Clasificación de colorantes por su estructura química. (Zaruma, et al., 2018).

Familia	Grupo Cromóforo	Descripción
Azoicos		Este grupo de colorantes es el más importante dentro de la industria alimentaria y textilera con una elaboración aproximada del 70% de los colorantes orgánicos del mercado
Antraquinonas		Son quinonas tricíclicas derivadas del antraceno que a menudo contienen uno o más grupos hidroxilo

Ftalocianina		Estos colorantes están formados por la unión de cuatro grupos isoindol (dos anillos fusionados, uno bencénico y el otro; una piridina) mediante cuatro átomos de nitrógeno, dando lugar a un anillo de 16 átomos: ocho de nitrógeno y ocho de carbono, alternados con dobles enlaces conjugados.
Ion arilcarbonio		Su estructura química está conformada por un átomo carbonilo unido a dos o tres anillos aromáticos
Sulfuro		Grupo de colorantes totalmente insolubles en agua, pero solubilizable por reducción. Proporciona una gama de colores bajos y apagados.
Polimetino		Se clasifican en tintes neutros, catiónicos y aniónicos. En los extremos de su cadena poseen un grupo donador y un sustractor de densidad electrónica.

Nitro		Son un grupo de colorantes incoloros cuando se encuentran aislados. Su absorción se encuentra muy cerca del campo visible por combinación de grupos auxocromos débiles, adquiriendo una tonalidad amarillenta.
-------	---	--

1.1.4 TÉCNICAS DE CUANTIFICACIÓN PARA SOLUCIONES ACUOSAS COLOREADAS

La espectrometría ultravioleta-visible o espectrofotometría UV-Vis, utiliza las regiones del ultravioleta (UV cercano, de 195-400 nm) y el visible (400-780 nm). En esta región del espectro electromagnético, las moléculas se someten a transiciones electrónicas, midiendo transiciones desde el estado basal al estado excitado.

La espectrometría UV-Vis, es una técnica de cuantificación que se utiliza habitualmente en la determinación cuantitativa de soluciones de compuestos orgánicos; los disolventes son a menudo el agua y el etanol para compuestos orgánicos.

1.2 INDUSTRIA ALIMENTARIA

Uno de los mayores desafíos del S. XXI, es asegurar la suficiente agua y energía para el bienestar de la humanidad, manteniendo al mismo tiempo la salud ecológica y la integridad, así como la capacidad de recuperación de las cuencas hidrográficas. Los usos del agua en la industria alimentaria son muy variados y específicos, estos van desde los procesos de limpieza diaria y lavado de manos, hasta su uso como ingrediente principal de algunos productos. (Muñoz, 2018)

La industria alimentaria es una de las principales en el uso de colorantes, ya que los alimentos deben presentar una coloración atractiva para los consumidores. Los alimentos naturales tienen su propio color, sin embargo, éste se pierde a lo largo de su proceso de transformación a nivel industrial. Los colorantes alimenticios son los encargados de proporcionar el color deseado en cada alimento, es decir, proporcionan un color homogeneizado y atractivo para el consumidor, en la Tabla 1.2 se puede apreciar algunos colorantes sintéticos permitidos por la Comunidad Económica Europea (CEE).

Tabla 1.2 Colorantes sintéticos actualmente permitidos como aditivos en los alimentos por la Comunidad Económica Europea (CEE) (Solís, 2013).

Nombre	No. de la CEE	No. de la FDA	CEE	EEUU	Canadá	Japón
Eritrosina	E123	FD& C Rojo No. 3	+	+	+	+
Indigotina	E132	FD& C Azul No. 2	+	+	+	+
Tartrazina	E102	FD& C Amarillo No. 5	+d	+	+	+
Amarillo quinolina	E104	FD& C Amarillo No. 6	+e	-	-	-
Allura roja	-	FD& C Rojo No. 40	-	+	+	-
Amaranto	E123	FD& C Rojo No. 2	+d	-	+	-

Donde:

+ Permitido para uso en alimentos (en algunos países limitado a alimentos específicos)

- Prohibido para su uso en alimentos.

+e prohibido en Portugal y

+d prohibido en Finlandia.

1.2.1 AMARILLO NO. 5 (TARTRAZINA)

La tartrazina es un colorante artificial ampliamente utilizado en la industria alimentaria. Pertenece a la familia de los colorantes azoicos (los que contienen el grupo azo -N=N-). Se presenta en forma de polvo y es soluble en agua; haciéndose de color más amarillo cuanto más disuelta esté. Es incompatible con la lactosa y con el ácido ascórbico (Alamillo, 2013). Su fórmula desarrollada se aprecia en la Figura 1.1

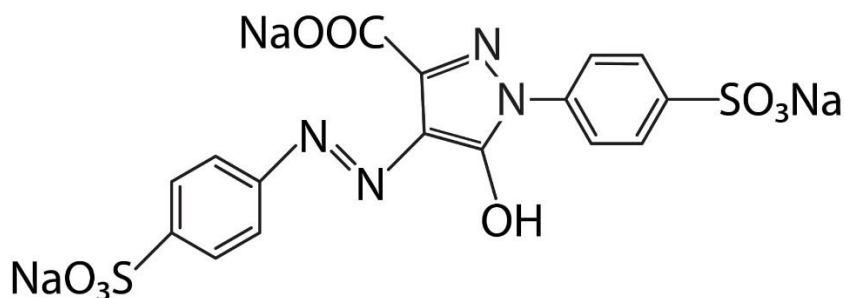


Figura 1.1 Estructura molecular de la tartrazina.

Consiste fundamentalmente en 5-hidroxi-1-(4sulfonatofenil)-4(4-sulfonatofenilazo)-H-pirazol-3-carboxilato trisódico y otros colorantes secundarios, junto con cloruro sódico y/o sulfato sódico como principales componentes incoloros.

Su presentación es principalmente en polvo o gránulos de color naranja claro y se puede encontrar en alimentos tales como cereales, salsas marrones, pastelería, productos cárnicos, pastas, encurtidos, condimentos, aperitivos, pescados, bebidas sin alcohol, verduras enlatadas, postres, batidos, papas fritas, helados, dulces, chicles, gelatinas, mermeladas, yogurt, etc. Otros más como jabones, productos para el cabello, crayones, vitaminas, antiácidos y capsulas medicinales también contienen tartrazina. Sus soluciones se vuelven rojas en condiciones alcalinas. En soluciones concentradas puede ser corrosivo para los metales. La tartrazina parece ser el principal causante de alergias y reacciones de intolerancia de todos los colorantes azoicos, principalmente en las personas con alergia al ácido acetilsalicílico y asmáticos. La sensibilidad a la tartrazina se manifiesta principalmente con urticaria. Otras reacciones pueden incluir migraña, vista borrosa, comezón, entre otras (Solís, 2013).

1.3 TECNOLOGIAS DE REMOCIÓN DE COLORANTES

Muchos sorbentes convencionales han sido utilizados para remover colorantes de aguas de descarga, como carbón activado, bentonita, óxidos metálicos, entre otros. Sin embargo, muchos de ellos tienen bajas propiedades de sorción y eficiencia de regeneración. Y por esto se han desarrollado nuevos materiales o técnicas para remover este tipo de contaminantes de las aguas de desecho.

- Remoción de colorantes ácidos solubles en agua con polímeros con huella molecular. Estos fueron utilizados en la adsorción de colorantes ácidos solubles al tener mejores propiedades de reutilización, selectividad y bajo consumo que otros adsorbentes comúnmente usados como el carbón activado. Se comprobó que tienen una alta eficiencia de adsorción (Luo, et al., 2011).
- Remoción de colorantes complejos de cromo con adsorbentes poliméricos neutros. Se comparó la eficiencia de este tipo de adsorbentes con la capacidad adsorción del carbón activado. Se observó que la eficiencia del adsorbente polimérico fue mayor que la del carbón activado en soluciones ácidas o básicas (Kauspediene, et al., 2010).
- Remoción de tartrazina por medio de resinas de intercambio aniónico fuertemente básicas de poliestireno. Se determinó que este tipo de resinas son efectivas en la remoción de tartrazina de soluciones acuosas (Wawrzkieicz & Hubicki, 2009).
- Remoción de tartrazina usando plumas de gallina. Se utilizaron plumas de gallina para probar el grado de remoción por medio de la adsorción que estas tienen en soluciones contaminadas con tartrazina, se pudo comprobar que las plumas son una alternativa eficiente para remover la tartrazina, gracias a su eficiencia y a su bajo costo (Mittal, et al., 2007).

1.4 HIDROXIDOS DOBLES LAMINARES (HDL)

Los HDL, también conocidos como materiales tipo hidrotalcita o arcillas aniónicas (Mujica, et al., 2017), son materiales laminares formados por láminas cargadas positivamente y una zona interlaminaar donde coexisten aniones intercambiables unidos a moléculas de agua como se aprecia en la figura 1.2.

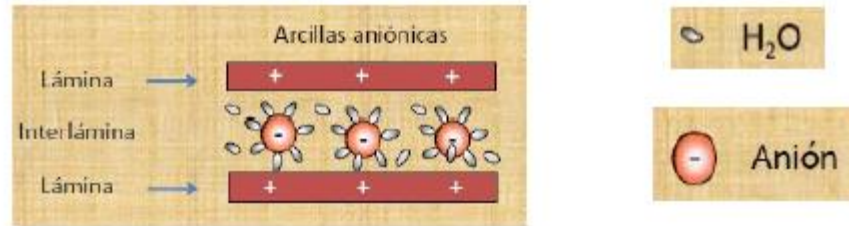
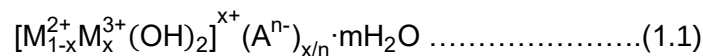


Figura 1.2 Representación esquemática de la estructura de las arcillas aniónicas, recuperado de (Fernández, 2016)

Las estructuras de los HDL están compuestas de un metal divalente (M_{2+}) y otro trivalente (M_{3+}), y poseen una formula general establecida:



Donde el valor de x , corresponde a:

$$x = \frac{M^{3+}}{M^{2+} + M^{3+}} \dots\dots\dots(1.2)$$

Este parámetro debe tomar valores entre 0,20-0,33, esto de modo que la red laminar no pierda su estructura, ya que, por ejemplo, sobre este valor serán necesarios enlaces $M_{3+} - \text{O} - M_{3+}$, los cuales son desfavorables desde el punto de vista de la repulsión de cargas (Berner, 2017).

La composición y estructura de las arcillas aniónicas depende de un gran número de variables, como puede ser la naturaleza del anión interlaminar, la relación de los metales laminares, el grado de hidratación, la cristalinidad, entre otras. Sólo algunas de estas variaciones pueden encontrarse de manera natural (Ogata, et al., 2020).

Sin embargo, la posibilidad de ser fácilmente sintetizadas en el laboratorio y a escala industrial, a bajo costo, permite la obtención de fases puras de HDL para estudiar las variables mencionadas (Contreras, et al., 2016). Algunos métodos para la síntesis de HDL son: la coprecipitación, método de la urea, hidrólisis inducida, técnica sol-gel, métodos asistidos con tratamiento hidrotermal y microondas. (López, 2019)

El método de coprecipitación o síntesis directa es el más utilizado, para mejorar el rendimiento de la reacción y las propiedades del producto obtenido, se controlan parámetros como la

concentración de las sales metálicas, el tipo de reactivos, la temperatura de reacción, las condiciones de lavado y secado, el pH el tiempo de envejecimiento, entre otros, (Sikander, et al., 2017).

Este método se utiliza ampliamente para la preparación de HDL con carbonato como anión interlamilar. Sin embargo, para introducir aniones diferentes al carbonato, se debe evitar la presencia de dióxido de carbono en la disolución, que provocaría la intercalación del carbonato dada la gran afinidad de este anión por el espacio interlamilar del HDL (Conterosito, et al., 2017).

1.4.1 APLICACIONES DE LOS HDL

En la figura 1.3 se muestran los campos de aplicación de estos materiales derivados de sus interesantes propiedades físico – químicas junto con lo sencillo que resulta su síntesis (Fernández, 2016).

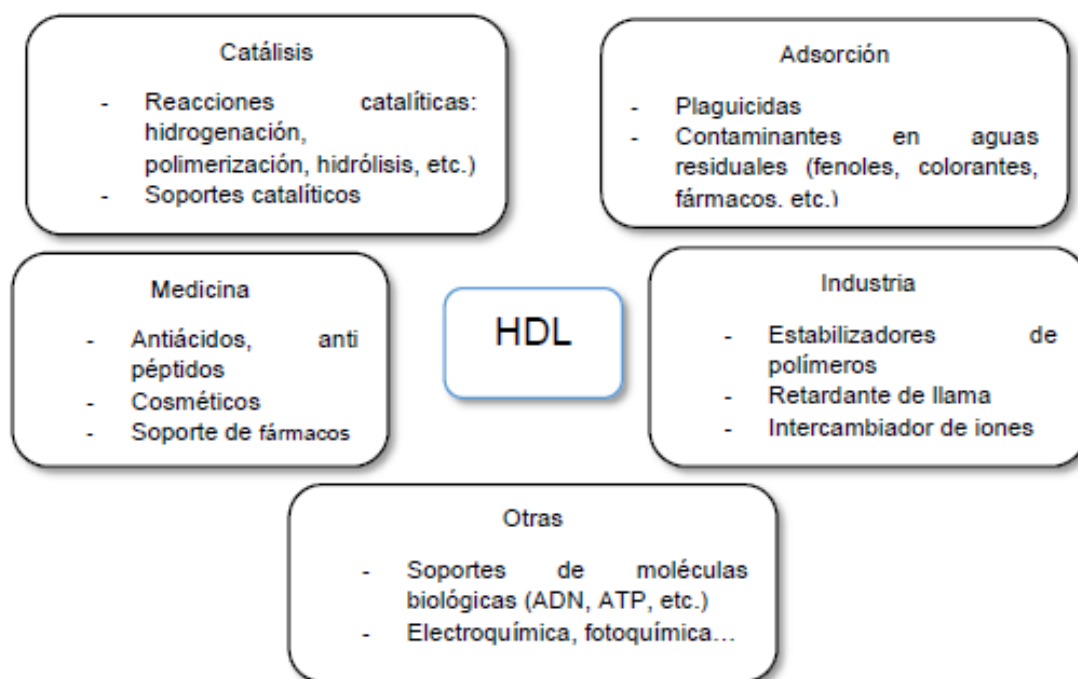


Figura 1.3 Principales aplicaciones de los HDL'S recuperado (Fernández, 2016)

1.5 QUITOSANO

El quitosano (Q) cuya estructura química se puede apreciar en la figura 1.4, es un polisacárido que se encuentra de forma natural en los caparazones de crustáceos y forma parte de los exoesqueletos de los insectos, así como también en las paredes celulares de muchos hongos, levaduras y algas. Sin embargo, su principal fuente de producción es la hidrólisis de la quitina. (Alvarado, 2016).

La quitina o poli (β - (1 $\rightarrow$ 4) -N-acetil-D-glucosamina), es un polisacárido natural de gran importancia, identificado por primera vez en 1884. Este biopolímero es sintetizado por una enorme cantidad de organismos vivos y pertenece a los polímeros naturales más abundantes, después de la celulosa. En estado nativo, la quitina se presenta como microfibrillas cristalinas ordenadas que forman componentes estructurales en el exoesqueleto de los artrópodos o en las paredes celulares de los hongos y las levaduras (Younes & Rinaudo, 2015).

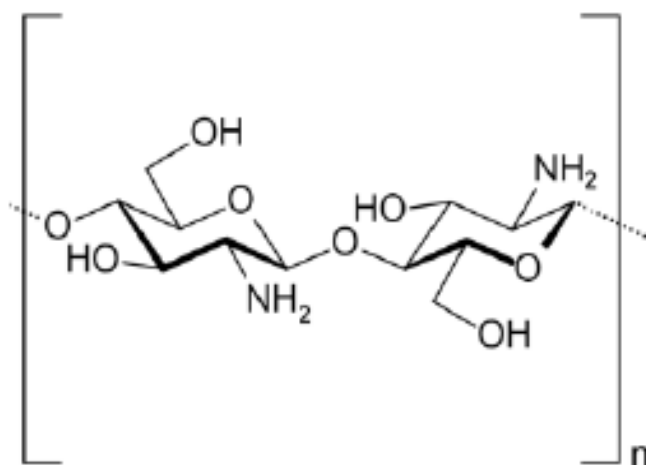


Figura 1.1 Estructura química del Quitosano recuperado de (Alvarado, 2016)

El quitosano es un material de polímero respetuoso del medio ambiente que se compone sobre todo de una unidad de la glucosamina. Exhibe funcionamiento excelente de la adsorción de varios agentes contaminantes orgánicos atribuido a la presencia de los grupos funcionales del oxhidrilo activo (-OH) y amino (-NH₂) (Wu, et al., 2017).

1.5.1 HIDROGELES

Los hidrogeles son materiales poliméricos entrecruzados en forma de red tridimensional de origen natural (agarosa, ácido hialurónico, metil celulosa, celulosa) o sintético (de acrilamida, alcohol vinílico), que se hinchan en contacto con el agua formando materiales blandos y elásticos, aumentando considerablemente su tamaño pero manteniendo su forma hasta alcanzar un equilibrio fisicoquímico, mientras que en estado deshidratado (xerogel) son cristalinos (Pedley, et al., 1980).

Algunas aplicaciones de los hidrogeles son: aplicaciones sanitarias, músculos artificiales, agricultura, horticultura, lentes de contacto, prótesis de tejidos blandos y tratamiento de aguas residual (Pedley, et al., 1980).

1.5.2 ENTRECruzAMIENTO

El entrecruzamiento de un polímero involucra naturalmente dos unidades estructurales, las cuales pueden o no pertenecer a la misma cadena polimérica, la finalidad de este procedimiento es la síntesis de un hidrogel con características tales como: hidrófilos, insolubles en medios acuosos con diferentes valores de pH, blandos, elásticos y que en presencia de agua se hinchen, aumentando considerablemente su volumen pero manteniendo su forma hasta alcanzar su equilibrio (Pedley, et al., 1980).

Los hidrogeles de quitosano se pueden fabricar mediante métodos de reticulación físicos o químicos. Las redes químicamente reticuladas tienen uniones permanentes formadas por enlaces covalentes entre las cadenas de polímeros (Mariano, et al., 2016).

El quitosano puede ser entrecruzado con glutaraldehído, epiclorhidrina, etilenglicol diglicidil éter (EDGE) y tripolifosfato de sodio. Sin embargo, el epiclorhidrina y el EDGE son considerados agentes fisiológicos tóxicos, mientras que el tripolifosfato de sodio se considera como material no tóxico (Sánchez, et al., 2012).

Existen varios métodos para preparar geles entrecruzados, pueden ser a partir de una reacción química, por radiación y por la técnica de congelamiento-enfriamiento. Las características de estos materiales dependen del grado y método de entrecruzamiento empleado, pero en

general, los hidrogeles entrecruzados presentan diversas propiedades que pueden ser aprovechadas dentro del proceso de adsorción. (Crini, 2005) reporta lo siguiente:

- Los materiales homogéneos entrecruzados son fáciles de preparar con reactivos baratos y están disponibles en una variedad de estructuras y propiedades, y también en numerosas configuraciones, por ejemplo, geles, partículas de forma irregular o esferas regulares, membranas, revestimientos, películas, fibras, cápsulas y esponjas.
- Son insolubles en medios ácidos o alcalinos, así como en solventes orgánicos.
- Mantienen sus propiedades y características originales (excepto la cristalinidad) y resistencia en soluciones ácidas.
- Las esferas entrecruzadas poseen la capacidad de hincharse en el agua, y como consecuencia sus redes se expanden para permitir la difusión de los contaminantes.

1.6 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

Los materiales sólidos pueden ser estudiados desde distintos enfoques para lograr conocer su composición, características y propiedades. Sin embargo, una técnica indispensable para obtener información estructural es la difracción de rayos X (DRx), otras técnicas que han sido utilizadas en la caracterización de estas estructuras son el análisis elemental, análisis térmico diferencial (ATD), análisis termogravimétrico (ATG), la microscopia electrónica de barrido (MEB), microscopia de transmisión (MTE) y las espectroscopías UV-Vis e Infrarrojo con transformada de Fourier (IR-TF) (López, 2019)

1.6.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)

El análisis de rayos-X es la principal técnica de caracterización de los compuestos tipo HDL.

Los rayos-X son radiaciones electromagnéticas de longitud de onda corta que se producen cuando se desaceleran los electrones de alta energía o por transiciones de electrones que están en los orbitales internos de los átomos. Los valores de la longitud de onda de los rayos-X están entre aproximadamente 10^{-5} nm a 100 nm.

Cuando la radiación X atraviesa una muestra de materia, el vector eléctrico de la radiación interactúa con los electrones de los átomos de la materia para producir difusión. Cuando éstos son difundidos por el entorno ordenado de un cristal, hay interferencias tanto constructivas como destructivas entre los rayos dispersados por que las distancias entre los centros de difusión son del mismo orden de magnitud que la longitud de onda de la radiación. Así es como se produce la difracción. (Solís, 2013)

1.6.1.1 LEY DE BRAGG

Cuando un haz de rayos X choca con la superficie de un cristal formando un ángulo θ , una porción del haz es dispersada por la capa de átomos de la superficie. La porción no dispersada del haz penetra en la segunda capa de átomos donde, de nuevo, una fracción es dispersada y la que queda para a la tercera capa como se aprecia en la figura 1.3. El efecto acumulativo de esta dispersión producida por los centros regularmente espaciados del cristal es la difracción del haz, de la misma forma que la radiación visible se difracta en una red de reflexión. Los requisitos para la difracción de rayos X son:

1. Que el espaciado entre las capas de átomos sea aproximadamente el mismo que la longitud de onda de la radiación.
2. Que los centros de dispersión estén distribuidos en el espacio de una manera muy regular.

En 1912, W. L. Bragg trató la difracción de rayos X por cristales como se aprecie en la figura 1.3. En este caso, un haz de estrecho de radiación choca con la superficie del cristal formando un ángulo θ ; la dispersión tiene lugar como consecuencia de la interacción de la radiación con los átomos localizados en O, P y R.

$$AP + PC = n\lambda \dots\dots\dots(1.3)$$

Donde n es un número entero, la radiación dispersada estará en fase en OCD y el cristal parecerá reflejar la radiación X. Pero

$$AP = PC = d \sin\theta \dots\dots\dots(1.4)$$

Donde d es la distancia interplanar del cristal. Así, se puede escribir que las condiciones para que tenga lugar una interferencia constructiva del haz que forma un ángulo θ con la superficie del cristal, son

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots(1.5)$$

La Ecuación 1.6 se llama ecuación de Bragg y es de capital importancia. Hay que señalar que los rayos X son reflejados por el cristal sólo si el ángulo de incidencia satisface la condición

$$\sin \theta = \frac{n\lambda}{2d} \dots\dots\dots(1.6)$$

Para todos los demás ángulos, tienen lugar interferencias destructivas (Skoog, et al., 2001).

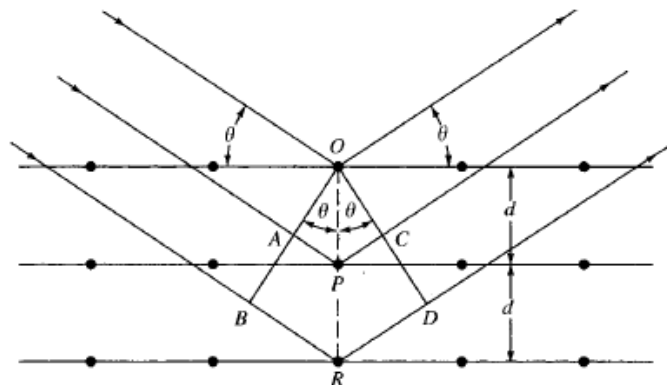


Figura 1.2 Difracción de Rayos X producida por un cristal recuperado de (Skoog, et al., 2001)

1.6.2 ANÁLISIS DE MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO Y DETECCIÓN DE ENERGÍA DISPERSA (MEB-EDS)

El microscopio electrónico de barrido está equipado con diversos detectores, entre los que se pueden mencionar: el detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución SEI (Secondary Electron Image), un detector de electrones retrodispersados que permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie BEI por sus siglas en inglés (Backscattered Electron Image), y un detector de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer) permite coleccionar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis semicuantitativo y de distribución de elementos en superficies.

Se pueden realizar estudios de los aspectos morfológicos de zonas microscópicas de los distintos materiales con los que trabajan los investigadores científicos y las empresas privadas, además del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas. Las principales utilidades del MEB son la alta resolución (~1 nm), la gran profundidad de campo que le da apariencia tridimensional a las imágenes y la sencilla preparación de las muestras.

1.6.3 DETERMINACIÓN DEL ÁREA ESPECÍFICA POR EL METODO BET

La teoría BET (Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmet and Edward Teller), es una extensión de la teoría Langmuir y explica la adsorción física de moléculas de gas sobre la superficie externa e interna de un material poroso, esto permite medir la extensión del área específica de un material. Así, de la teoría de Langmuir que explica la adsorción molecular en monocapa, el concepto se extiende a la adsorción en multicapa. El material poroso está rodeado por un determinado gas en equilibrio a cierta temperatura y presión de vapor relativa. La cantidad de gas adsorbida depende de la presión de vapor relativa y es proporcional a la superficie interna y externa total del adsorbente (López, 2019)

1.6.4 PUNTO DE CARGA CERO (PCC)

El punto de carga cero, PCC, se define como el valor del pH en el cual la carga neta total (externa e interna) de las partículas sobre la superficie del material adsorbente es neutra, es decir, el número de sitios positivos y negativos es igual (Franks & Meagher, 2003) así mismo, el punto de carga cero señala el intervalo más adecuado del valor de pH para alcanzar la remoción eficiente de un determinado contaminante de naturaleza aniónica o catiónica (Amaringo & Hormaza, 2013). El punto de carga cero se determina con mediciones de pH en un rango de 2 a 11, para calcular ΔpH se utiliza la ecuación 1.7:

$$\Delta pH = pH_F - pH_i \dots\dots\dots(1.7)$$

Dónde:

ΔpH =Diferencia entre pH final y pH inicial.

pH_F =Valor de pH al final de la prueba.

pH_i =Valor de pH al inicio de la prueba.

Con los valores obtenidos se procede a graficar ΔpH contra pH_i y en la gráfica el punto de intersección que corresponde a $\Delta pH=0$ representa el punto de carga cero.

1.7 ADSORCIÓN

La adsorción es el fenómeno físico en el que los componentes de una mezcla líquida o gaseosa se transfieren selectivamente a la superficie de un sólido de esta manera, se pueden separar mezclas líquidas o gaseosas. La sustancia que se concentra en la superficie del sólido o se adsorbe se denomina adsorbato y la fase sobre la que se adsorbe se le denomina adsorbente. (Fernández, 2016)

Cabe mencionar que existen dos tipos de adsorción en función del tiempo de atracción entre soluto y adsorbente:

1. Adsorción física: cuando las fuerzas de atracción son de tipo Van Der Waals, conllevan una fisisorción sobre la superficie del adsorbente, resultado de interacciones intermoleculares débiles entre sólido y fluido. La energía de adsorción liberada en fisisorción es muy inferior a la que implica un enlace químico, por lo que es un proceso reversible si se somete al sistema a calentamiento o a vacío.
2. Adsorción química o quimisorción: este tipo ocurre cuando se forman enlaces químicos entre las moléculas del fluido y la superficie del adsorbente. El calor liberado es de reacción y en general mayor que el latente, es decir, mayor que el calor requerido para el cambio de fase. Se suele producir a temperaturas altas, ser lenta e irreversible.

1.7.1 CINETICA DE ADSORCIÓN

Este tipo de cinética se refiere a la velocidad de adsorción de un contaminante (sorbato) sobre la superficie activa del sorbente. Permite determinar el tiempo de equilibrio que se establece entre las fases (sólidas-líquida) y saber si el proceso de sorción del sorbato es rápido o lento. Para identificar los mecanismos que controlan la velocidad del proceso de adsorción pueden ser usados modelos matemáticos simplificados, los modelos de Elovich, pseudo primer orden y pseudo segundo orden son los más utilizados.

1.7.1.1 MODELO DE PSEUDO-PRIMER ORDEN (LAGERGREN)

El modelo de pseudo-primer orden o Lagergren, considera que la fuerza impulsora es la diferencia entre la concentración del soluto adsorbido en el equilibrio y la concentración del soluto adsorbido a un tiempo determinado (García, 2014), es comúnmente utilizado para adsorbentes homogéneos y para procesos de adsorción física. En este caso la razón de adsorción es proporcional a la concentración del soluto (Benítez, 2015).

La expresión matemática correspondiente a la cinética de primer orden reversible se basa en la suposición de que a cada ion metálico se le asigna un sitio de adsorción del material adsorbente, lo cual en términos de velocidad de reacción se expresa con la ecuación (1.8):

$$\frac{dq_t}{dt} = K_1(q_{eq} - q_t) \dots\dots\dots(1.8)$$

Donde:

q_t : es la cantidad adsorbida en un tiempo t (mmol/g).

q_e : es la cantidad adsorbida en el equilibrio (mmol/g).

k_1 : es la constante cinética de primer orden (min^{-1}) (Ho & Mckay, 1998).

1.7.1.2 MODELO DE PSEUDO-SEGUNDO ORDEN (HO & MCKAY)

Este modelo es utilizado para cinéticas de quimisorción de gases sobre sólidos; sin embargo, se ha aplicado a sistemas líquido-sólido, con materiales altamente heterogéneos (Benítez, 2015). El modelo de pseudo-segundo orden, asume que la capacidad de adsorción es proporcional al número de centros activos del adsorbente y que la velocidad de adsorción se encuentra controlada por adsorción química (García, 2014).

En el modelo de Pseudo-Segundo Orden está representado por la ecuación (1.9):

$$\frac{dq_t}{dt} = K_2(q_{eq} - q_t)^2 \dots\dots\dots(1.9)$$

Donde:

K_2 : es la constante de velocidad de sorción ($\text{g} / \text{mg min}$)

q_{eq} : es la cantidad de sorbato soluto absorbido en el equilibrio (mg / g) (Ho & McKay, 1999).

1.7.1.3 MODELO DE ELOVICH

Este modelo, de aplicación general en procesos de quimiadsorción, supone que los sitios activos del bioadsorbente son heterogéneos y por ello exhiben diferentes energías de activación, basándose en un mecanismo de reacción de segundo orden para un proceso de reacción heterogénea. Este modelo ha mostrado resultados satisfactorios en la identificación

del mecanismo controlante en procesos de adsorción de un soluto en fase líquida a partir de un sólido adsorbente (Pinzón & Vera, 2009).

La ecuación (1.10) define al modelo de Elovich:

$$q_t = \frac{1}{\beta} * \ln(\alpha * \beta) + \frac{1}{\beta} * \ln(t) \dots\dots\dots(1.10)$$

Donde:

q_t : es la cantidad de sorbato extraído en el tiempo

t : la constante

α : es la velocidad inicial de adsorción ($\text{mmol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$)

β : está relacionada con la superficie cubierta y la energía de activación por quimiadsorción ($\text{mmol} \cdot \text{g}^{-1}$)

1.7.2 ADSORBENTES

Los sólidos que son considerados como materiales adsorbentes tienen en común una serie de características. Como la superficie específica, es decir, la relación que existe entre el área superficial total y la masa del sólido. Lo óptimo es que esta relación sea elevada, lo que se consigue con una estructura microporosa del material.

Las características principales que se buscan en un adsorbente son:

- Capacidad (carga): se define como la cantidad de adsorbato retenida por unidad de masa o volumen de adsorbente. Presenta una relación directa con la superficie específica del material y su volumen de poros. Determina la cantidad de adsorbente necesario para una separación.
- Selectividad: es el cociente entre la capacidad de adsorción de un componente y la correspondiente a otro en una mezcla.
- Facilidad de regeneración: se mide por la fracción de la capacidad que se recupera tras de regenerar el adsorbente, así como por la energía y tiempo necesario.

- Altas velocidades de transferencia: lo que permite que la separación se consiga en tiempos cortos o con un tamaño menor del equipo empleado.
- Compatibilidad con la mezcla que se separa y la sustancia regenerante, de forma que no se altere o reduzca su vida útil.
- En cuanto a las propiedades mecánicas, un buen material adsorbente debe presentar una adecuada resistencia mecánica, si se va a utilizar un lecho fijo, y una buena resistencia a la abrasión, en caso de lechos móviles, fluidizados o tanques agitados.

1.7.3 EQUILIBRIO DE ADSORCIÓN

La forma más habitual de representar el equilibrio de adsorción es mediante la relación entre la cantidad adsorbida y la presión, en caso de gases, o la concentración en la fase líquida, en el caso de adsorción de líquidos, para una temperatura dada. Esta relación se conoce como isoterma de adsorción.

De acuerdo Brunauer las isotermas de adsorción se clasifican seis tipos las cuales se muestran en la figura 1.4, y es la establecida por la IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) en la actualidad. (Sing, 1982)

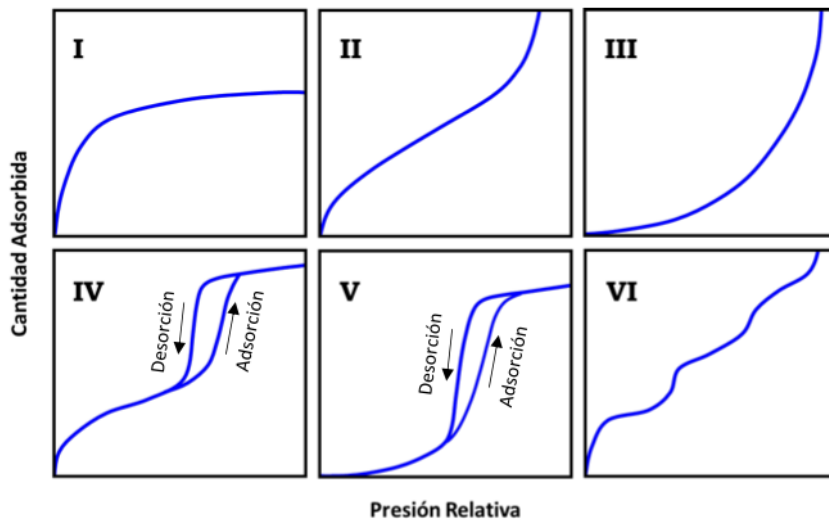
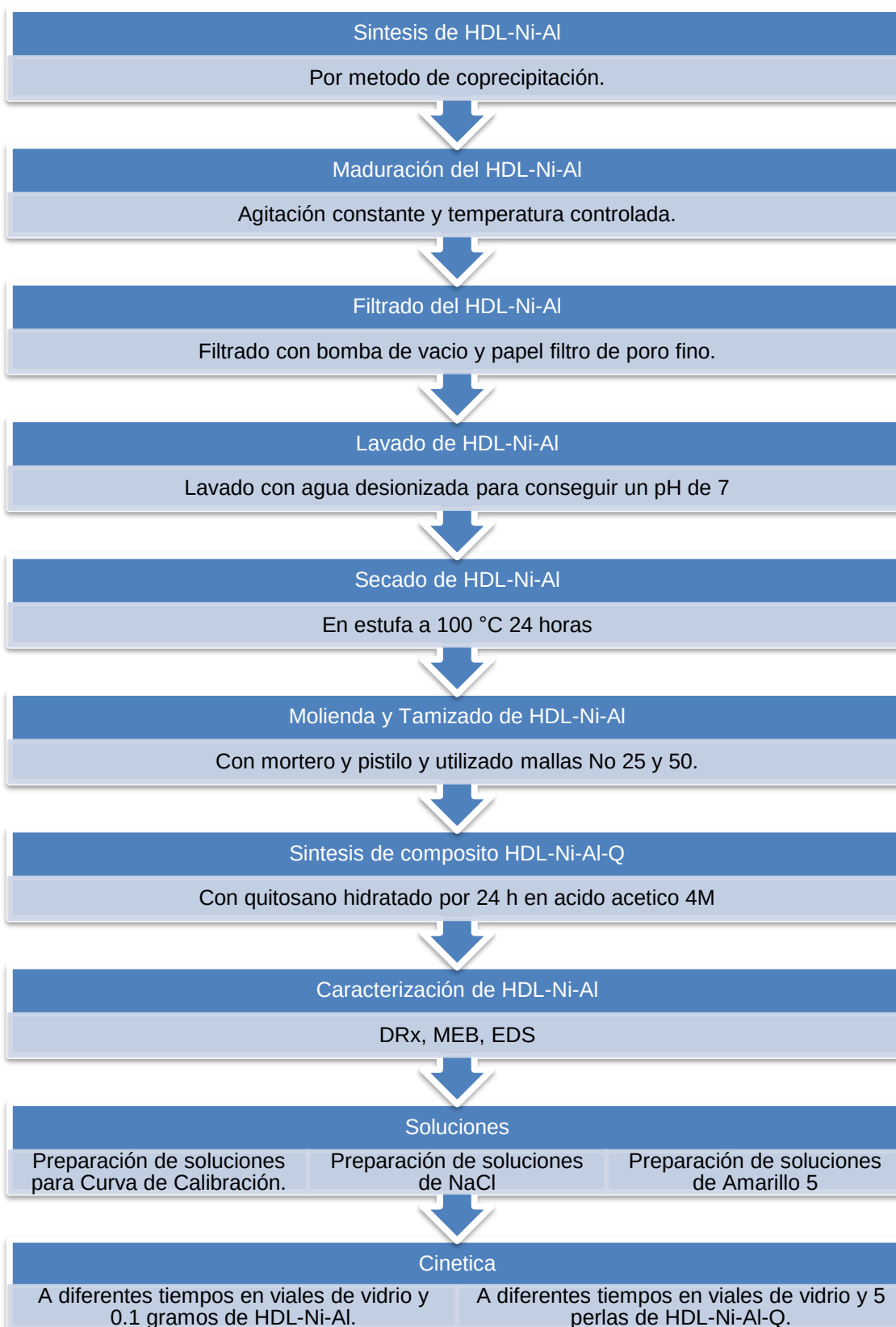


Figura 1.4 Tipos representativos de isoterms de adsorción

1. La isoterma de tipo I es cóncava hacia el eje de las abscisas, y la cantidad adsorbida se aproxima a un valor constante al aumentar la presión relativa. Se corresponde con una adsorción en monocapa, de manera que cuando el adsorbato cubre al adsorbente el proceso se detiene. Las isothermas de este tipo están asociadas a materiales microporosos. El límite de adsorción está determinado por el volumen accesible de material y no por el tamaño de poro.
2. La isoterma tipo II representa una adsorción en monocapa y multicapa. EL punto B señalado en la figura, indicado el valor de presión relativa para el cual el recubrimiento de la monocapa se ha completado, indicando así el principio de adsorción por multicapa. Para que se produzca este tipo de adsorción es necesario que la afinidad del adsorbato por el adsorbente sea algo mayor que la afinidad del adsorbato por sí mismo.
3. La isoterma de tipo III es convexa hacia el eje de abscisas para todo el intervalo de presión relativa. Este tipo de isoterma se observa en materiales macroporosos o no porosos cuando existe poca afinidad entre adsorbato y adsorbente. Por ello, al ser las interacciones adsorbato – adsorbente menores la adsorción es sólo relevante a altas presiones.
4. La isoterma de tipo IV presenta un ciclo de histéresis que se suele dar si los poros son muy pequeños, de manera que se puedan llenar antes de adsorber todo lo que se podría. Este tipo se da cuando esta limitación ocurre con sistemas del tipo II, y como se observa la parte inicial de la isoterma de tipo IV coincide con la primera zona de la de tipo II.
5. La isoterma de tipo V al igual que la isoterma de tipo III es característica de interacciones adsorbato – adsorbente débiles.
6. La isoterma tipo VI representa adsorción de forma escalonada en multicapa sobre una superficie uniforme no porosa. Cada uno de los escalones se asocia a una capa adsorbida. Es poco frecuente.

Las curvas que son cóncavas y en toda la longitud de la curva (tipo I) se designan como “favorables” para la captación del soluto. Por el contrario, las que son convexas en toda su longitud como la de tipo III son “desfavorables” para la captación de soluto (Sing, 1982).

2. MÉTODO



3. DESARROLLO

3.1 SÍNTESIS DEL HDL-NI-AL

3.1.1 REACTIVOS

Para la síntesis del HDL-Ni-Al, se realizó conforme al método de (Jiménez Núñez, 2008) donde se utilizaron los reactivos utilizados que se muestran en la Tabla 3.1

Tabla 3.1 Características de los reactivos utilizados.

Nombre de reactivo	Formula Química	Proveedor
Nitrato de Níquel	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Jalmek
Nitrato de Aluminio	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	Sigma-Aldrich
Carbonato de potasio	K_2CO_3	Jalmek
Hidróxido de potasio	KOH	Jalmek

Solución A: en 100 mL de agua desionizada se disolvieron 25.16 g de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ y 47.32 g de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$.

Solución B: en 300 mL de agua desionizada se disolvieron 6.95 g de K_2CO_3 y 25.61 g de KOH.

3.1.2 SÍNTESIS POR METODO DE COOPRECIPITACIÓN

Se calentaron 2.5 litros de agua desionizada en un vaso de precipitado de 4,000 mL a temperatura de 70°C, se gotearon las soluciones 1 y 2 hasta el agotamiento, y después se dejó en añejamiento la mezcla a 70°C por 72 horas; el goteo de las soluciones se realizó a baño maría para conservar la temperatura constante, al igual se mantuvo en agitación durante todo el proceso, para contar con una mezcla homogénea. Para monitorear que el pH se encontrara entre un rango de 9.8 a 10.2 durante la síntesis, se utilizó un potenciómetro de la marca Thermo Scientific, este valor se logró goteando aproximadamente 6 gotas de la solución A con una mini bomba de flujo variable, y con una bomba peristáltica Mater Flex, aproximadamente 12 gotas de la solución B, posteriormente se filtró el precipitado del agua

utilizando un embudo Büchner, papel filtro y una bomba de vacío, el precipitado se lavó durante 7 días con agua desionizada hasta obtener un pH igual al del agua de lavado, se secó el material en una estufa marca Novatech a temperatura de 100°C por 24 horas, se trituroó con un mortero de porcelana y se tamizó con las mallas estandarizadas 25-50 para obtener un diámetro de partícula entre 0.3-0.71 μm .

3.2 SINTESIS DEL COMPOSITO HDL-NI-AL-Q

Para la síntesis del composito HDL-Ni-Al-Q se realizó siguiendo la técnica de López, donde se preparó una solución 4% m/v de quitosano grado industrial en ácido acético 0.4 M, a temperatura ambiente (20°C) sin agitación hasta una disolución 24 horas.

Una vez disuelto el Q en el ácido acético se le agregaron 900 mg de HDL-Ni-Al por cada 35 mL de Q disuelto, se mantuvo una agitación de 100 rpm con un agitador magnético para garantizar una mezcla homogénea, se goteo en una solución de Tripolifosfato de potasio (TPP) al 1% m/v, con una bomba peristáltica a un flujo de 1.5 mL/min, utilizando manguera calibre 16 y una aguja modificada #16. Las perlas obtenidas del goteo se colocaron en agitador orbital durante 12 horas a 200 rpm y 30°C. Posteriormente se lavaron con agua desionizada hasta alcanzar el pH de 5.5, y finalmente se refrigeraron hasta el momento de ser utilizadas. (López, 2019)

3.3 CARACTERIZACIÓN

3.3.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)

El análisis se llevó a cabo en un equipo D8 Discover, marca Bruker que cuenta con un detector Lynxeye-T, propiedad del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ), con una configuración teta-teta, el equipo esta acondicionado con una capa de plomo para evitar radiaciones, el análisis empezó en 5 grados y terminó en 70 grados, con un tamaño de paso de 0.04, recordando que previamente el HDL-Ni-Al, se secó a 100 °C.

3.3.2 MORFOLOGÍA POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB-EDS)

Para realizar el estudio de la morfología del HDL-Ni-Al antes del contacto con el colorante, el HDL-Ni-Al se secó a 100 °C, mientras que el composito se liofilizó.

Debido a que las muestras presentan características no conductoras fueron sometidas a un tratamiento de recubrimiento con oro en un equipo DENTON VACUUM DESK V. Las muestras se fijaron en el porta muestras con una cinta adhesiva doble de carbón y se introdujeron en la cámara del equipo por 60 segundos.

Posteriormente, las muestras fueron llevadas a la cámara del microscopio electrónico de barrido marca JSM-639OLV Scanning Electron Microscope con alta resolución al alto vacío, para la obtención de micrografías y el análisis cualitativo-cuantitativo mediante el sistema de Espectrometría de Dispersión Electrónica, que tiene acoplado el microscopio electrónico de barrido.

3.3.3 PUNTO DE CARGA CERO (PCC)

Para determinar el punto de carga cero de los materiales y definir el pH al cual cada material tiene una carga superficial de 0, se realizaron los experimentos empleando 20 mL de una solución de NaCl 0.1 M con el pH ajustado a valores de 2 a 11 empleando soluciones de NaOH y HCl de concentraciones de 0.1 y 0.01 N respectivamente, esto se hizo por triplicado. Se utilizaron 0.1 g de HDL-Ni-Al y 0.5 g del composito HDL-Ni-Al-Q a cada una de las soluciones de NaCl con los diferentes valores de pH. Se utilizó un volumen de 10 mL en viales de 50 mL, el tiempo de contacto entre los materiales y las soluciones fue de 24 h se mantuvieron en agitación constante a 200 rpm a 30 °C.

Una vez transcurridas las 24 h se separó el sobrenadante y se midió el pH para poder realizar el cálculo de ΔpH empleando la ecuación 1.7. Al término del periodo de tiempo se retiraron las soluciones y se les determinó el pH final.

$$\Delta pH = pH_F - pH_i \dots\dots\dots(1.7)$$

Con los valores obtenidos se graficó ΔpH contra pH_i .

3.4 PRUEBAS RAPIDAS DE ADSORCIÓN

Con la finalidad de demostrar que el material HDL-Ni-Al y su compuesto HDL-Ni-Al se sometieron a una prueba rápida de sorción utilizando 0.05 y 0.07 g de HDL-Ni-Al, mientras que para el compuesto se utilizaron 3 y 5 perlas. Se varió la concentración inicial de la solución de tartrazina en un intervalo de 100, 250 y 483 mg/L, con la finalidad de observar el efecto de la cantidad de adsorbente y la concentración inicial de colorante.

La concentración de Tartrazina se determinó utilizando la espectrometría de UV-Vis y con esta lectura obtenida se determinó la capacidad de adsorción con la Ecuación

$$q = \frac{(C_0 - C_e) * V}{M} \dots\dots\dots(3.2)$$

Donde:

q = Capacidad de adsorción (mg/g).

C₀ = Concentración inicial ($\frac{mg}{L}$).

C_e = Concentración en equilibrio ($\frac{mg}{L}$).

V = Volumen de solución utilizada (L).

M = Masa de adsorbente utilizada (g).

3.5 ESTUDIO DE SORCIÓN DE COLORANTE (TARTRAZINA)

3.5.1 IDENTIFICACIÓN DE LONGITUD DE ONDA

Para poder realizar la identificación de la longitud de onda se prepararon 500 mL de una solución de Amarillo 5 con una concentración de 483 mg/L, de la marca aceites y esencias lote 93000/214-90, con una pureza del 86.6 %.

3.5.2 CURVA DE CALIBRACIÓN

Para poder realizar la calibración del equipo de Uv-VIS se preparó una solución madre de 500 mg/L de Tartrazina, y se procedió a preparar estándares como los que se presentan en la tabla 3.2

Tabla 3.2 Volúmenes y concentraciones de Amarillo 5.

ESTANDAR	Tartrazina (mg/L)	Volumen requerido de solución madre (mL)
1	10	0.2
2	20	0.4
3	30	0.6
4	40	0.8
5	50	1.0
6	60	1.2

Para conocer los volúmenes y concentraciones que se necesitan para la curva de calibración se utilizaron las siguientes ecuaciones.

$$C_1 V_1 = C_2 V_2 \dots \dots \dots (3.2)$$

$$V_1 = \frac{C_2 V_2}{C_1} \dots \dots \dots (3.3)$$

Dónde:

V_1 =Volumen de solución madre.

C_1 =Concentración de solución madre.

V_2 =Volumen de solución estándar.

C =Concentración de solución estándar.

3.5.3 pH ÓPTIMO DE SORCIÓN

Con la finalidad de conocer en que pH se tiene la mejor capacidad de adsorción, se pusieron en contacto los materiales HDL-Ni-Al y HDL-Ni-Al-Q con soluciones de pH diferente y con una concentración de 483 mg/L de tartrazina, para ajustar el pH de cada solución se utilizó HCl 0.1 M para las soluciones que iban de un pH de 3 a 6 y NaOH 0.1 M para las soluciones que iban de pH 8 a 12.

Las pruebas se realizaron por triplicado, utilizando una masa seca de 0.7 g para el HDL-NI-AL y 5 perlas del material HDL-NI-AL-Q (0.1 g), se colocaron en frascos de PEAD de 50 mL, y a cada uno se agregó una alícuota de 10 mL de la solución correspondiente, manteniendo agitación a 200 rpm con temperatura de 20 °C durante 24 h. Para finalizar se separaron los materiales de la solución sobrenadante y se midió la concentración final.

3.5.4 CINETICA DE ADSORCIÓN DE AMARILLO NO 5 CON HDL-NI-AL Y HDL-NI-AL-Q

Los experimentos se realizaron por triplicado a un pH de 3, que fue el pH óptimo de adsorción, se colocaron 0.1 gramos del HDL-NI-AL y 5 perlas de HDL-Ni-Al-Q , en viales de vidrio de 20 mL, se les agregaron 10 mL de una solución de 483 mg/L de Tartrazina a cada uno de los tubos, y se pusieron en agitación constante de 200 rpm para obtener una homogeneidad en el sistema, este proceso se realizó a una temperatura de 20°C, se consideraron los siguientes tiempos de contacto 2, 5, 7, 10, 12, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 50, 60, 75, 90, 105, 120, 240, 360, 480, 720, 960 y 1440 minutos.

Transcurrido el tiempo de contacto, los materiales se separaron de la solución para determinar la concentración de tartrazina y determinar la capacidad de sorción a cada uno de los tiempos de contacto para obtener los valores para la curva de cinética de adsorción y establecer el tiempo en el que se llega al equilibrio, el material sorbente se reservó para análisis posteriores.

Finalmente, los datos obtenidos fueron ajustados a modelos cinéticos para conocer cuál es la etapa limitante del proceso de adsorción, los modelos utilizados fueron el de pseudo primer orden, pseudo segundo orden y modelo de Elovich, utilizando el software OriginPro 8.6.

4. RESULTADOS

4.1 SINTESIS DEL HDL-NI-AL

El compuesto obtenido que se muestra en la figura 4.1 es un material macroscópico amorfo y de coloración verde jade como el reportado en la página web Mineral Data.

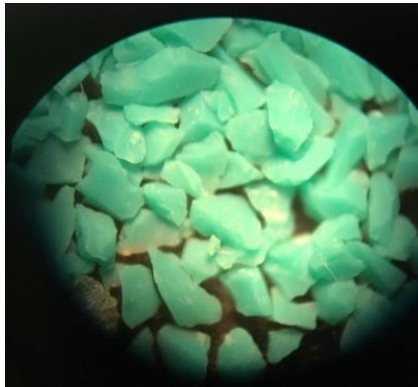


Figura 4.1 HDL-Ni-Al visto con un microscopio estereoscópico.

4.2 SINTESIS DEL COMPOSITO HDL-Ni-Al-Q

El composito obtenido presentó un diámetro promedio de 2.8 mm, donde se aprecian partículas del material arcilloso distribuido no uniformemente como se aprecia en la figura 4.2.



Figura 4.2: Esfera del composito HDL-Ni-Al-Q visto con un microscopio estereoscópico.

4.3 CARACTERIZACIÓN

4.3.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRx)

El patrón de difracción mostrado en la figura 4.3, presenta los picos característicos del HDL-Ni-Al, el cual es similar al reportado por López en el 2019 y al de Solís 2013 donde se muestran picos definidos y simétricos en los planos (003), (006), (110), y (113). Para los planos (009), (015) y (018) se pueden observar a los picos más anchos y asimétricos, que son característicos de los compuestos tipo HDL en general (López, 2019), (Solís, 2013).

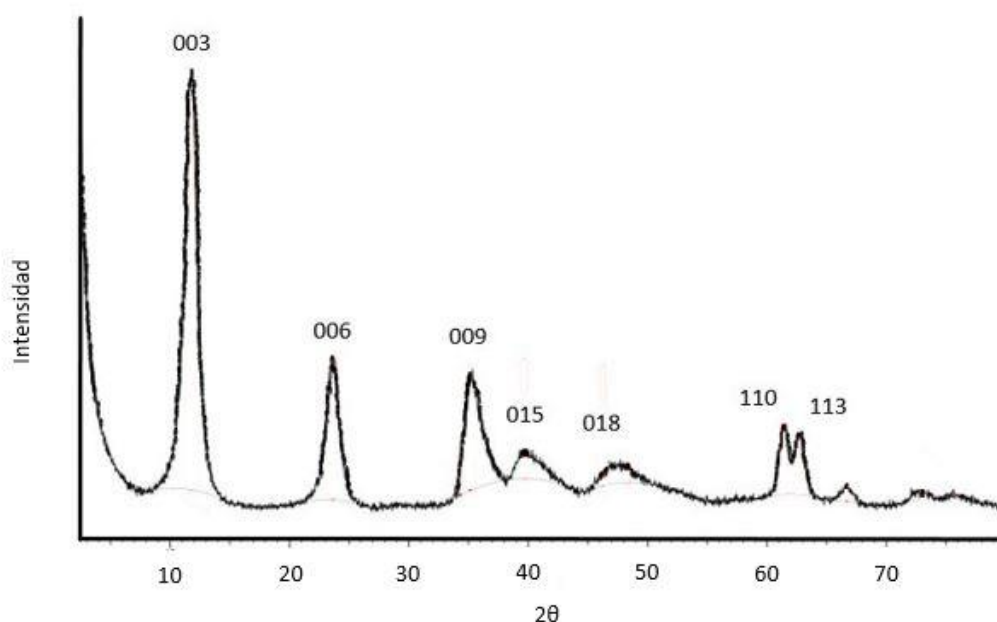


Figura 4.3 Patrón de DRx del HDL-Ni-Al.

4.3.2 MORFOLOGÍA POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

La figura 4.4 muestra la micrografía del HDL-Ni-Al (100 °C), que revela una superficie porosa y no homogénea, parecida a la reportada por (López, 2019) y (Jiménez Núñez, 2008).

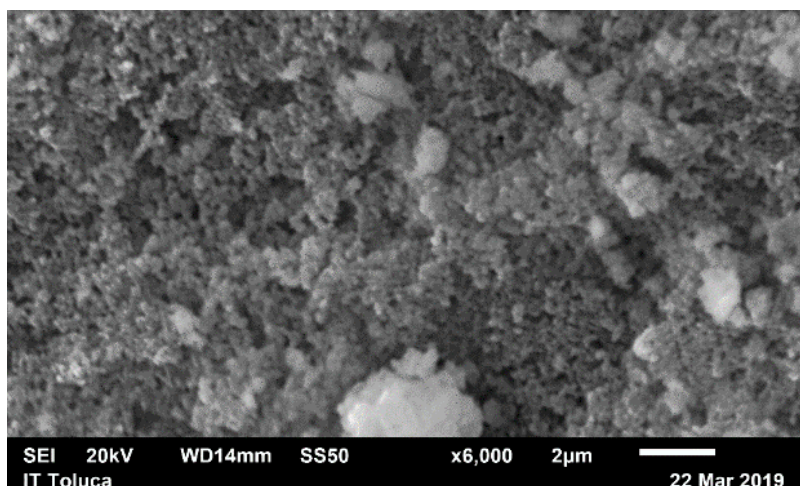


Figura 4.4 Microscopia electrónica de barrido de HDL-Ni-Al x 6,000.

4.3.3 ANÁLISIS ELEMENTAL EDS

Los resultados de los porcentajes en peso y atómico de cada elemento del HDL-Ni-Al, obtenidos mediante el análisis EDS, se muestran en la Tabla 4.1.

Tabla 4.1 Porcentajes en peso y peso atómico del DHL-Ni-Al.

HDL-Ni-Al		
ELEMENTO	% PESO	% atómico
C	9.21 ± 0.99	14.90 ± 1.44
O	54.05 ± 1.81	65.69 ± 1.44
Al	7.61 ± 0.46	5.48 ± 0.34
Ni	25.10 ± 1.65	8.32 ± 0.68
N	4.03 ± 0.57	5.61 ± 0.86

Para saber la relación molar se utilizó la ecuación 1.2.

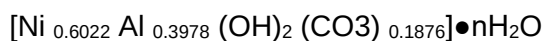
$$\text{Ni} = 0.4275 \text{ mol}$$

$$\text{Al} = 0.2824 \text{ mol}$$

$$R = \text{M(II)/M(III)} = \text{Ni/Al} = 1.5138$$

$$X = M(\text{III})/[M(\text{II}) + M(\text{III})] = \text{Al}/(\text{Al} + \text{Ni}) = 0.3978$$

El valor de R obtenido es 1.5138 lo que indica que se obtuvo un material arcilloso tipo hidrotalcita HDL-Ni-Al, tal como lo reporta Cavani et al., 1991, en donde mencionan que un material tipo hidrotalcita cuenta con un valor de R entre 1.5 y 4. Con el valor de X obtenido que la fórmula del HDL-Ni-Al queda:



Respecto al HDL-Ni-Al-Q, se muestra en la figura 4.4 una micrografía donde se puede observar que la superficie no es homogénea, apreciando una superficie con bordes y una variedad de poros.

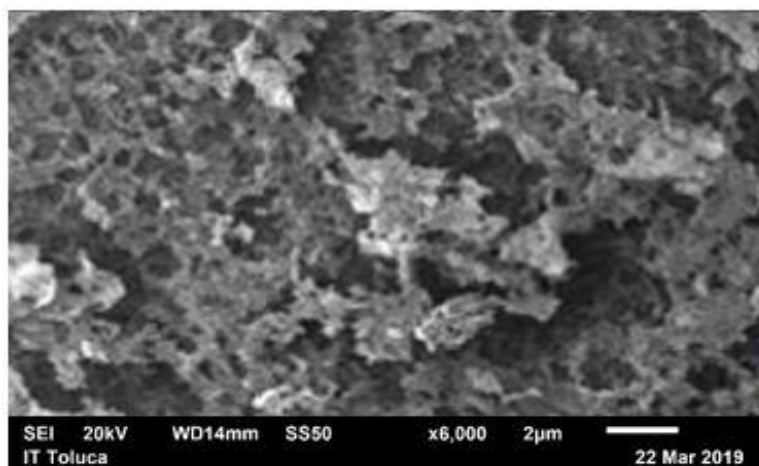


Figura 4.4 micrografía del compuesto HDL-Ni-Al-Q x6,000.

Los resultados del análisis EDS realizado al compuesto HDL-Ni-Al-Q, se muestran en la Tabla 4.2, se puede observar la presencia de fósforo debido al TPP utilizado en el entrecruzamiento y un aumento en la concentración del nitrógeno debido al grupo amino existente en el Quitosano.

Tabla 4.2 Porcentajes en peso y peso atómico del HDL-Ni-Al-Q.

HDL-N1-Al-Q		
ELEMENTO	% PESO	% atómico
C	32.73 ± 0.38	41.27 ± 0.31
O	48.51 ± 0.64	45.71 ± 0.61
Al	0.81 ± 0.03	0.45 ± 0.02
Ni	2.83 ± 0.22	0.76 ± 0.07
N	7.58 ± 0.75	8.12 ± 0.76
P	7.56 ± 0.11	3.68 ± 0.05

4.3.4 PUNTO DE CARGA CERO (PCC)

Se determinó el punto de carga cero (PCC) para los materiales HDL-Ni-Al y para el HDL-Ni-Al-Q, en los dos casos se graficó el pH inicial versus ΔpH , mostrándose en la Figura 4.5.

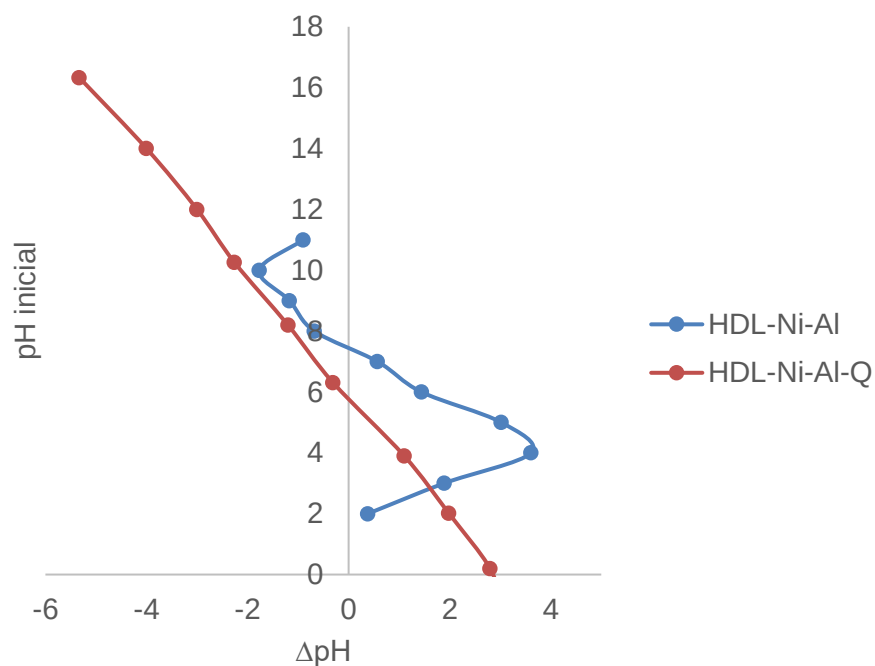


Figura 4.5 Representación del punto de carga cero del HDL-Ni-Al.

Los PCC de los dos materiales se presentan en la tabla 4.3.

Tabla 4.3 Resultado numérico del punto de carga cero de los materiales.

MATERIAL	PCC
HDL-NI-AL	7.52
HDL-NI-AL-Q	5.87

Cuando el pH de la solución es menor que el PCC del sólido, la carga total de los materiales es positiva lo que permitió la adsorción del colorante aniónico Amarillo No. 5, mientras que, si el pH de la solución es mayor al PCC, la carga total es negativa disminuyendo la capacidad de adsorción del colorante.

4.3.4 PRUEBAS RAPIDA DE ADSORCIÓN

En la prueba rápida de adsorción se varió la concentración inicial de Amarillo No. 5 y la cantidad de los materiales, se obtuvo la capacidad de adsorción al equilibrio, como se muestra en la Tabla 4.4.

Tabla 4.4 Resultados de prueba rápida de adsorción.

Material	Cantidad de material	Concentración inicial de Amarillo No. 5 (mg/L)			
		100	250	483	
HDL-Ni-Al	0.07 g	0.36	1.32	1.94	Capacidad de adsorción al equilibrio q_e (mg/g)
	0.1 g	0.59	1.45	2.26	
HDL-Ni-Al-Q	3 perlas	1.04	1.36	1.58	
	5 perlas	1.12	1.64	1.76	

Con base a los resultados anteriores se decidió trabajar con 0.1 g de material HDL-Ni-Al y 5 perlas (0.1 g) HDL-Ni-Al-Q ya que con esta cantidad de material se obtuvo la mayor capacidad de adsorción.

4.5 ESTUDIO DE SORCIÓN DEL COLORANTE (TARTRAZINA)

4.5.1 IDENTIFICACIÓN DE LA LONGITUD DE ONDA

Realizado el barrido entre 300 a 500 nm en un equipo de Uv -VIS se encontró que el punto de identificación de longitud de onda para la Tartrazina es de 426 nm lo que se aprecia en la figura 4.5

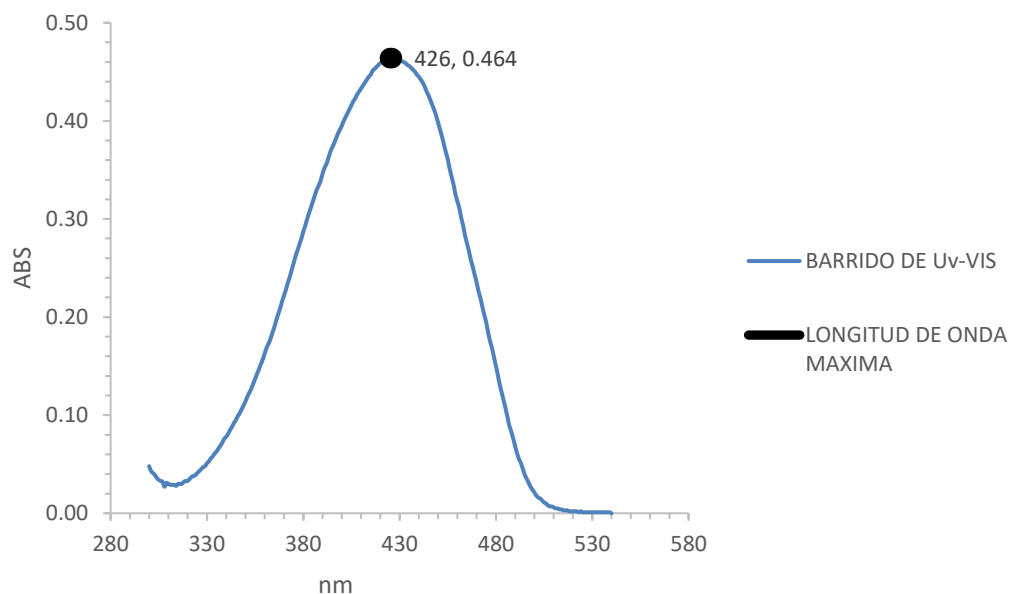


Figura 4.5 Representación gráfica de la longitud de onda máxima para determinación de tartrazina

4.5.2 CURVA DE CALIBRACIÓN

Una vez encontrada la longitud máxima de adsorción del Amarillo No. 5 (426nm) se obtuvo la curva de calibración graficando los valores de concentración contra absorbancia, se muestra en la figura 4.6. Se realizó el ajuste estadístico por mínimos cuadrados obteniendo un valor para el coeficiente de determinación (R^2) de 1.

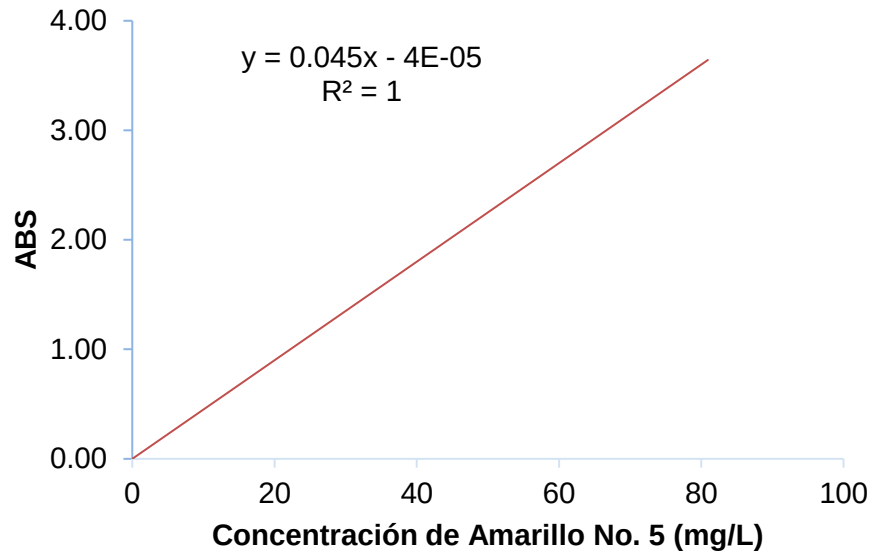


Figura 4.6 Curva de calibración de Amarillo No. 5 para el equipo GENESYS 10 S Uv-VIS.

4.5.3 pH ÓPTIMO DE SORCIÓN

Pasadas las 24 horas de contacto entre el material con las soluciones de Amarillo No. 5 con pH, se procedió a separar el sobrenadante del material adsorbente de cada uno de los viales y se procedió a medir la concentración del colorante con el Uv-VIS.

De la prueba de pH óptimo se obtuvo que en un pH de 3 se presentó la mayor capacidad de adsorción para ambos materiales, apreciándose en la Figura 4.7.

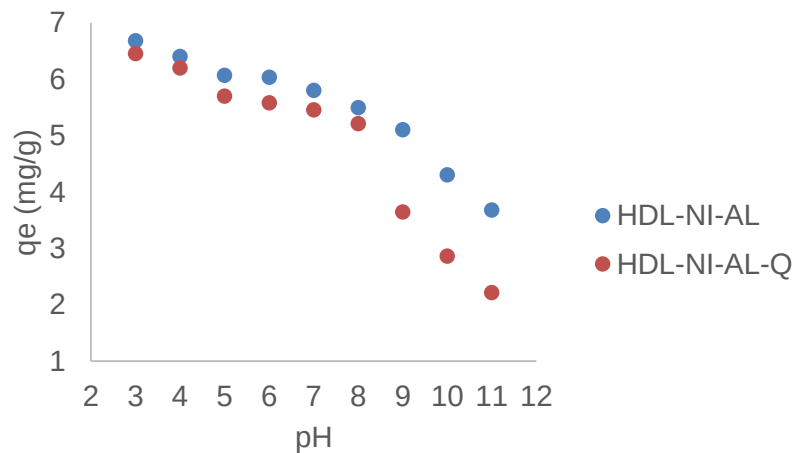


Figura 4.7 Grafica comparativo de para pH óptimo de adsorción.

4.5.4 CINETICA DE ADSORCIÓN DE AMARILLO NO 5 CON HDL-NI-AL y HDL-NI-AL-Q

Realizados los experimentos de cinética de sorción (por triplicado) se obtuvieron los resultados que se muestran en la Figura 4.8.

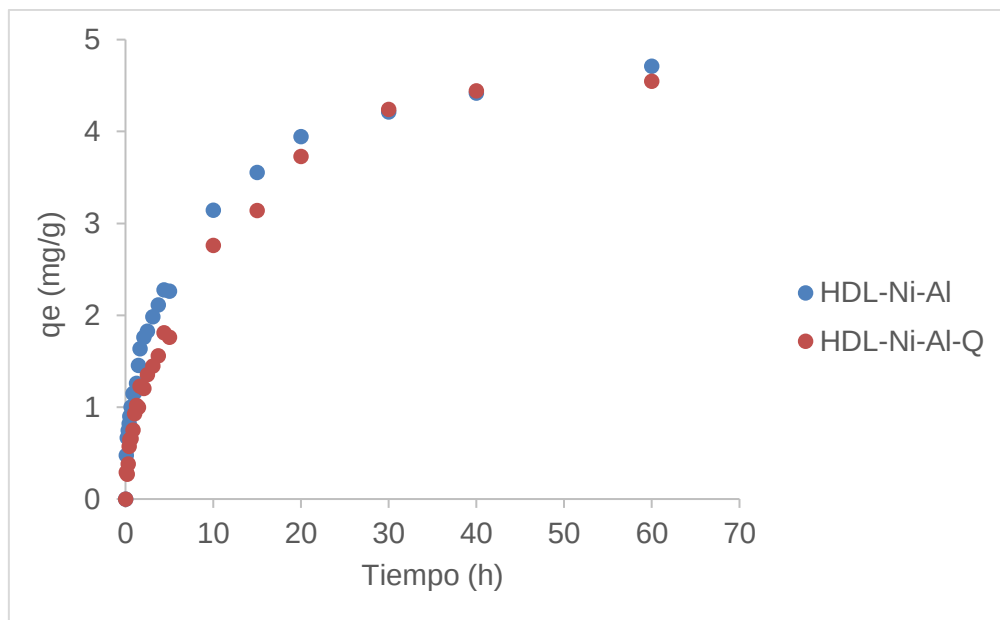


Figura 4.8 Grafica de comparación de cinéticas de sorción de los materiales HDL-Ni-Al y HDL-Ni-Al-Q.

En la tabla 4.6 se puede apreciar los resultados obtenidos al realizar los ajustes a los modelos matemáticos de Largegren, Ho-McKay y Elovich, utilizando el programa Origin Pro presentando un mejor ajuste al modelo de Ho-Mckay para los materiales HDL-Ni-Al y HDL-Ni-Al-Q con un coeficiente de determinación (R^2) de 0.9634 y 0.9627 respectivamente, lo que significa que el adsorbato es adsorbido por el material y por tanto se demuestra que el material realiza el proceso conocido como adsorción.

Tabla 4.6 Resultado de ajuste a los modelos matemáticos de Ho, Lagergren y Elovich mediante el uso del programa Origin Pro.

Modelo cinético	HDL-Ni-Al			HDL-Ni-Al-Q		
Lagergren	q_t	k_1	R^2	q_t	k_1	R^2
$\frac{dq_t}{dt} = k_1(q_{eq} - q_t)$	3.9466	0.0063	0.9532	4.0986	0.0095	0.922
Ho-Mckay	q_t	k_2	R^2	q_t	k_2	R^2
$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_{eq} - q_t)^2$	4.5731	0.0016	0.9634	4.6404	0.0025	0.9627
Elovich	a	b	R^2	a	b	R^2
$Q_t = \frac{1}{b} \cdot \ln(t) + \frac{1}{b} \cdot \ln(a \cdot b)$	0.1353	1.422	0.9013	0.2189	1.3812	0.9497

CONCLUSIONES

- Se obtuvieron los materiales HDL-Ni-Al y HDL-Ni-Al-Q.
- Con los puntos de carga cero se demostró que los materiales funcionan mejor en pH ácidos para la adsorción del colorante Amarillo No. 5.
- A pesar de que no se realizó un análisis de porosidad y área específica, en las micrográficas obtenidas se aprecia que son materiales porosos, lo que se presume favoreció la adsorción del colorante.
- Los tiempos en que se lograron los equilibrios de adsorción del Amarillo No.5 con ambos materiales fueron relativamente cortos lo que significa que estos materiales son una alternativa viable para tratamiento de agua contaminada con el colorante.
- El HDL-Ni-Al presento mayor capacidad de remoción de Amarillo No. 5 que el HDL-Ni-Al-Q.

RECOMENDACIONES

Tener un cuidado extremo al momento de sintetizar los materiales en especial en el HDL-NI-AL ya que en caso de que no se tenga un control correcto de las temperaturas y del pH durante el proceso, el resultado podría presentar algunas alteraciones físicas y un exceso presente de aluminio.

Todas y cada una de las pruebas realizadas deberá hacerse en material limpio libre de cualquier otro tipo de contaminantes para ello se recomienda realizar un lavado como a continuación se describe:

Para el lavado de material como se sabe, en todo experimento se debe tener mucho cuidado, ya que se requiere evitar la contaminación de la prueba. Por ello se recomienda realizar el siguiente lavado.

- Lavar el material con jabón y agua de grifo. Retirar el exceso de agua
- Sumergir el material en una solución de ácido nítrico al 10% usando guantes Sol-Vex, lentes de seguridad y evitando salpicar fuera del recipiente.
- El material y los guantes se deben enjuagar con agua de grifo cada vez que salgan de la solución ácida.
- El material enjuagado se sumergirá en una solución de extrán al 2% y deberá permanecer por lo menos 2 horas, posteriormente el material deberá enjuagarse con agua de grifo.
- El material se deberá enjuagar con agua desionizada y se dejará secar
- Finalmente, el material seco deberá envolverse con película plástica y colocarse en un lugar limpio para su próximo uso.

BIBLIOGRAFÍA

Alamillo, V. M., 2013. Remoción de colorantes orgánicos Azul Índigo y Tartrazina, en solución acuosa, empleando nanopartículas de hierro soportadas en piedra volcánica de óxido de hierro (Tezontle). Toluca de Lerdo: Universidad Autónoma del Estado de México, Facultad de Química .

Alvarado, A., 2016. Estudio de la adsorción de colorantes amarillo no. 5 y no. 6 en solución acuosa mediante el hidrogel de quitosano-poli(vinil alcohol) en condiciones estáticas y dinámicas de flujo. Metepec: Instituto Tecnológico de Toluca.

Amaringo, F. A. & Hormaza, A., 2013. Determinación del punto de carga cero y puntos isoeléctrico de dos residuos agrícolas y su aplicación en la remoción de colorantes. Revista de investigación agraria y ambiental, 4(2), pp. 27-36.

Benítez, S. M. C., 2015. Estudio preliminar de la sorción de colorante amarillo No. 5 en soluciones acuosas sobre un hidrogel de quitosano-celulosa entrecruzado. Metepec: Instituto Tecnológico de Toluca.

Berner, S. E., 2017. Hidróxidos laminares para tratamientos de residuos orgánicos en agua y el efecto de la incorporación de óxido de grafeno. Santiago de Chile: Universidad de Chile, Facultad de ciencias físicas y matemáticas.

Conteroso, E. y otros, 2017. Facile preparation methods of Hydrotalcite layered materials and their structural characterization by combined techniques. Elsevier, Volumen 470, pp. 36-50.

Contreras, J. C., Martínez, M. S. & Ordoñez, E., 2016. Surface fractal dimension of composites TiO₂-Hydrotalcite. Elsevier, Volumen 121, pp. 17-22.

Crini, G., 2005. Recent developments in polysaccharide-based materials used as adsorbents in wastewater treatment. Progress in polymer science, Volumen 30, pp. 38-70.

Fernández, B. M., 2016. Síntesis de Hidróxidos Dobles Laminares (HDL) y su aplicación a la eliminación de colorantes aniónicos en disolución acuosa.. Madrid, Politécnica.

Franks, G. V. & Meagher, L., 2003. The isoelectric points of sapphire crystals and alpha-alumina powder. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, Volumen 214, pp. 99-110.

García, N., 2014. Una nueva generación de carbones activados de altas prestaciones para aplicaciones medioambientales. s.l.:Departamento de Ciencia y Tecnología de Materiales de la Universidad de Oviedo.

Ho, Y. S. & McKay, G., 1998. The sorption of lead (II) ions on peat. Elsevier, 33(2), pp. 578-584.

Ho, Y. S. & McKay, G., 1999. Pseudo-second order model for sorption processes. Elsevier, Issue 34, pp. 451-465.

Jiménez Núñez, M. d. I. L., 2008. Remoción de iones fluoruro de agua potable de Zacatecas por hidrotalcitas de níquel, magnesio y cobalto.. Metepec: Instituto Tecnológico de Toluca.

Kauspediene, D., Kazlauskienė, E., Gerenienė, A. & Binkienė, R., 2010. Comparison of the efficiency of activated carbon and neutral polymeric adsorbent in removal of chromium complex dye from aqueous solutions. Journal of Hazardous Materials, Issue 179, pp. 933-939.

López, A. E., 2019. Comparación de la sorción de iones fluoruro de soluciones por el compuesto HT Ni-Al-Q en un reactor cónico y uno cilíndrico. Metepec: Instituto Tecnológico de Toluca.

Luo, X. y otros, 2011. Removal of water-soluble acid dyes from water environment using a novel. Journal of Hazardous Materials, Issue 187, pp. 274-282.

Mariano, M., El Kissi, N. & Dufresne, A., 2016. Cellulose nanocrystal reinforced oxidized natural rubber nanocomposites. Carbohydrate Polymers, Issue 137, pp. 174-183.

Mittal, A., Kurup, L. & Mittal, J., 2007. Freundlich and Langmuir adsorption isotherms and kinetics for the removal of Tartrazine from aqueous solutions using hen feathers. Science Direct, Volumen 146, pp. 243-248.

Mujica, V., Linares, C. & Velásquez, I., 2017. Estudio estadístico de la incidencia de ciertas variables de síntesis sobre la cristalinidad y otras propiedades de hidrotalcitas Ni, Fe. Revista chilena de ingeniería, Volumen 25, pp. 85-94.

Muñoz, S. S. R., 2018. El agua en la industria alimentaria. Bol Soc Esp Hidrol Méd, 33(2), pp. 157-171.

Ogata, F. y otros, 2020. Characterization and phosphate adsorption capability of novel nickel-aluminum-zirconium complex hydroxide. Chem. Pharm. Bull, Volumen 60, pp. 292-297.

Pedley, D. G., Skelly, P. J. & Tighe, B. J., 1980. Hydrogls in biomedical applications. The british polymer journal, September, pp. 99-110.

Pinzón, M. L. & Vera, L. E., 2009. Modelamiento de la cinetica de bioadsorción de Cu (III) usando Cáscara de naranja. Dyna, Issue 160, pp. 95-106.

Ramos, L., 2015. Propuesta de un sistema de tratamiento del agua residual del área de teñido de la empresa HILADOS RICHARD'S S.A.C. para su reutilizaición. Chiclayo: Universidad católica Santo Toribio de Mogrovejo.

Sánchez, R. G., Sánchez, D. I., López, J. & Correa, M. A., 2012. Adsorption of allura dye red cross-linked chitosan from shrimp waste. Metepec: Instituto Tecnológico de Toluca.

Sikander, U., Sufian, S. & Salam, M. A., 2017. A review of hydrotalcite based catalysts for hydrogen production systems. Elsevier, Issue 42, pp. 19851-19868.

Sing, K. S. W., 1982. Reporting Physisorption Data for Gas/Solid Systems with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity. Pure and Applied Chemistry, 11(54), pp. 2201-2218.

Skoog, D. A., James, F. & Nieman, T. A., 2001. Principios de Análisis instrumental. Quinta ed. Madrid: Mc Graw Hill.

Solís, J. R., 2013. Adsorción de colorante amarillo 5 tartracina en compuestos tipo Hidrotalcita Mg/Al y Mg/Al/F. México: Instituto Politécnico Nacional.

Wawrzkieicz, M. & Hubicki, Z., 2009. Removal of tartrazine from aqueous solutions by strngly basic polystyrene anion exchange resins. Journal og Hazardous Materials, Issue 16, pp. 502-509.

Wu, H. y otros, 2017. Removal of typlal organic contaminants with a recyclable calcined chitosan-supported layered double hydroxide adsorbent: kinetics and equilibrium isotherms. Journal of chemical & engineering data, Volumen 63, pp. 159-168.

Younes, I. & Rinaudo, M., 2015. Chitin and Chitosan preparation from marine sources. Structure, proprieties and applications. Marine drugs, Issue 13, pp. 1133-1174.

Zaruma, P., Proal, J., Chaires, I. & Salas, H., 2018. Los Colorantes Textiles Industriales y Tratamientos Óptimos de sus Efluentes de Agua Residual: Una Breve Revisión. Revista de la Facultad de Ciencias Químicas, Issue 19, pp. 38-47.