

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL ECUADOR
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS

Síntesis de nanopartículas de hierro cerovalentes (FeNPs) usadas para la remoción
de colorantes en agua

Disertación previa a la obtención del título de Licenciada en Ciencias Químicas con
mención en Química Analítica

CATALINA VALERIA SALTOS ESTRELLA

Quito, 2016

CERTIFICACIÓN

Certifico que la disertación de Licenciatura en Ciencias Químicas con mención en Química Analítica, de la candidata Catalina Valeria Saltos Estrella ha sido concluida de conformidad con las normas establecidas; por lo tanto puede ser presentada para la calificación correspondiente.

Fecha: 22 de diciembre del 2016

Mtr. María Fernanda Pilaquina

A mis padres, por ser un gran ejemplo en mi vida y por todo el apoyo que me han brindado a lo largo de ella.

AGRADECIMIENTO

El más grande de los agradecimientos es para mi familia, por todo su cariño y amor. A mis padres Freddy y Cathy, muchas gracias por haber estado a mi lado durante toda mi vida, han sido mi más grande pilar, todo lo que soy se lo debo a ustedes. A mis hermanos Vinicio y Andrea, mis compañeros de juegos, gracias por alegrar mis días. A mis abuelitos Hilo y Pepi, gracias por recibirme siempre con los brazos abiertos, por nunca dejarme sola, por todos esos hermosos momentos que he vivido a su lado. A Carlita y Mishel, gracias por siempre estar ahí, por sus palabras de aliento y su amistad.

Un enorme agradecimiento a mi directora del trabajo de titulación Mtr. María Fernanda Pilaquina por brindarme la oportunidad de colaborar en este proyecto y por todo el apoyo brindado. A mis lectores, M.Sc. Santiago Ampudia y Mtr. Yolanda Jibaja, muchas gracias por su tiempo, sus observaciones y consejos. Agradezco a la Escuela de Ciencias Químicas de la Pontificia Universidad Católica del Ecuador por el préstamo de equipos, reactivos y por permitirme desarrollar este estudio en sus instalaciones. A todos mis maestros y compañeros de carrera, gracias por hacer de estos años de estudio de la química los más memorables y divertidos.

Un muy especial agradecimiento al Instituto Tecnológico del Plástico AIMPLAS por haberme abierto sus puertas y dado la increíble oportunidad de aprender un poquito más acerca de la ciencia de los nanomateriales. Mil gracias al equipo que conforma su Departamento de Materiales, por ayudarme con el préstamo del SEM y en especial a la

Doctora Mónica Pérez por todo el apoyo brindado tanto dentro de AIMPLAS como fuera de sus instalaciones.

TABLA DE CONTENIDOS

CERTIFICACIÓN.....	ii
AGRADECIMIENTO.....	iii
TABLA DE CONTENIDOS.....	vi
LISTA DE TABLAS.....	ix
LISTA DE FIGURAS.....	x
LISTA DE ANEXOS.....	xii
RESUMEN.....	1
ABSTRACT.....	3
INTRODUCCIÓN.....	5

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO.....	7
1.1. NANOCIENCIA Y NANOTECNOLOGÍA.....	7
1.2. ¿QUÉ SON LAS NANOPARTÍCULAS?.....	8
1.3. NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS.....	9
1.4. NANOPARTÍCULAS DE HIERRO CEROVALENTES.....	12
1.5. COLORANTES SINTÉTICOS.....	14
1.5.1. COLORANTES AZOICOS.....	16
1.5.1.1. ROJO CONGO.....	16
1.5.1.2. AMARILLO TITÁN.....	17
1.5.1.3. TARTRAZINA.....	18
1.5.2. DERIVADOS DEL TRIARILMETANO.....	19

1.5.2.1. VIOLETA DE METILO.....	19
1.5.2.2. REMOCIÓN DE COLORANTES SINTÉTICOS DEL AGUA USANDO FeNPs.....	21

CAPITULO II

2. MATERIALES Y MÉTODOS.....	23
2.1. SÍNTESIS DE NANOPARTICULAS DE HIERRO CEROVALENTES.....	23
2.1.1. RENDIMIENTO DE LA SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE HIERRO CEROVALENTES.....	25
2.2. CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS.....	25
2.2.1. MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM).....	26
2.2.1.1. TAMAÑO Y ANÁLISIS ELEMENTAL DE LAS NANOPARTÍCULAS DE HIERRO CEROVALENTES POR SEM-EDX.....	27
2.2.2. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJOS.....	28
2.2.2.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS FeNPs POR FT-IR.....	30
2.3. REMOCIÓN DE LOS COLORANTES DEL AGUA.....	30
2.3.1. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN RESIDUAL DE COLORANTE POR UV-Vis.....	33
2.3.1.1. ESPECTROSCOPIA UV-Vis.....	33
2.3.1.2. ANÁLISIS ESPECTROSCÓPICO UV-Vis.....	34
2.3.2. CARACTERIZACIÓN DEL RESIDUO SÓLIDO POR FT-IR.....	35

CAPÍTULO III

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	36
3.1. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS.....	36
3.1.1. FACTORES CONTROLADOS DURANTE LA SÍNTESIS.....	37

3.1.1.1.	VELOCIDAD DE ADICIÓN DEL AGENTE REDUCTOR.....	37
3.1.1.2.	ATMÓSFERA.....	38
3.1.1.3.	AGITACIÓN.....	38
3.1.1.4.	ULTRASONIDO.....	38
3.1.1.5.	LAVADO.....	39
3.1.2.	RENDIMIENTO DE LA SÍNTESIS.....	39
3.2.	ANÁLISIS SEM-EDX DE LAS NANOPARTÍCULAS DE HIERRO CEROVALENTES.....	41
3.3.	ANÁLISIS DE LAS NANOPARTÍCULAS POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJOS FT-IR.....	46
3.4.	REMOCIÓN DE COLORANTES: ANÁLISIS Y CARACTERIZACIÓN.....	47
3.4.1.	DETERMINACIÓN DE LAS LONGITUDES DE ONDA MÁXIMAS DE CADA COLORANTE.....	47
3.4.2.	EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO Y CANTIDAD DE FeNPs EN LA REMOCIÓN DE LOS COLORANTES.....	48
3.4.3.	EFECTO DEL pH EN LA REMOCIÓN DE LOS COLORANTES EN AGUA... 55	
3.5.	CARACTERIZACIÓN DEL RESIDUO SÓLIDO OBTENIDO LUEGO DE LA REMOCIÓN DE COLORANTES.....	61

CAPÍTULO IV

4.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	66
4.1.	CONCLUSIONES.....	66
4.2.	RECOMENDACIONES.....	68
	BIBLIOGRAFÍA.....	69
	ANEXOS.....	77

LISTA DE TABLAS

Tabla 3.1. Rendimiento de la síntesis de FeNPs usando NaBH_4 como agente reductor...	40
Tabla 3.2. Análisis elemental de las FeNPs.....	45
Tabla 3.3. Longitud de onda máxima de los colorantes utilizados.....	48
Tabla 3.4. Resultados de la remoción del rojo congo.....	49
Tabla 3.5. Resultados de la remoción del amarillo titán.....	51
Tabla 3.6. Resultados de la remoción de la tartrazina.....	52
Tabla 3.7. Resultados de la remoción del violeta de metilo.....	53
Tabla 3.8. Resultados del efecto del pH en la remoción de rojo congo.....	56
Tabla 3.9. Resultados del efecto del pH en la remoción de amarillo titán.....	57
Tabla 3.10. Resultados del efecto del pH en la remoción de tartrazina.....	58
Tabla 3.11. Resultados del efecto del pH en la remoción de violeta de metilo.....	59

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1	Respuesta de los materiales al campo magnético.....	10
Figura 1.2	Representación de los dominios magnéticos de Weiss sobre la superficie del hierro.....	11
Figura 1.3.	Multidominios y monodominio de una partícula de hierro.....	11
Figura 1.4.	Estructura núcleo-coraza de las FeNPs.....	13
Figura 1.5.	Espectro electromagnético visible.....	15
Figura 1.6.	Estructura del rojo congo.....	17
Figura 1.7.	Estructura del amarillo titán.....	18
Figura 1.8.	Estructura de la tartrazina	19
Figura 1.9.	Estructura del violeta de metilo.....	20
Figura 1.10.	Reacción de FeNPs con diferentes contaminantes ambientales.....	22
Figura 2.1.	FeNPs expuestas a atmósfera inerte.....	24
Figura 2.2.	Metalizador Quorum Q150R.....	27
Figura 2.3.	Microscopio Electrónico de Barrido marca Phenom.....	28
Figura 2.4.	Tipos de vibraciones de tensión y flexión al aplicar radiación Infrarroja sobre una molécula.....	29
Figura 2.5.	Espectrofotómetro de Infrarrojos Perkin Elmer Spectrum BX FT IR.....	30
Figura 2.6.	Soluciones stock de los colorantes: violeta de metilo, amarillo titán tartrazina y rojo congo.....	31
Figura 2.7.	Espectrofotómetro Agilent Technologies Cary 60 UV-vis.....	35
Figura 3.1.	FeNPs atraídas por un superimán NdFeB Supermagnete®.....	37
Figura 3.2.	Imagen SEM del las FeNPs sintetizadas y de las zonas 1 y 2.....	41
Figura 3.3.	Imagen SEM de las FeNPs a 2900x, 19.000x y 68.000x.....	42

Figura 3.4.	Imagen SEM de las FeNPs a 71.000x y 84.000x.....	43
Figura 3.5.	Imagen SEM de las FeNPs y de los complejos FeNPs-colorantes.....	44
Figura 3.6.	Espectro EDX de las nanopartículas de hierro cerivalentes.....	45
Figura 3.7.	Espectro IR de las nanopartículas de hierro cerivalentes.....	46
Figura 3.8.	Espectros UV-Vis de los colorantes rojo congo, violeta de metilo, amarillo titán y tartrazina.....	47
Figura 3.9.	Efecto de la concentración de FeNPs sobre la remoción del rojo congo...	50
Figura 3.10.	Eficiencia de la remoción para el rojo congo.....	50
Figura 3.11.	Efecto de la concentración de FeNPs en la remoción del amarillo titán...	51
Figura 3.12.	Eficiencia de la remoción para el amarillo titán.....	51
Figura 3.13.	Efecto de la concentración de FeNPs en la remoción de la tartrazina.....	52
Figura 3.14.	Eficiencia de la remoción para la tartrazina.....	52
Figura 3.15.	Efecto de la concentración de FeNPs en la remoción del violeta de metilo...	54
Figura 3.16.	Eficiencia de la remoción para el violeta de metilo.....	54
Figura 3.17.	Efecto del pH sobre la remoción de rojo congo.....	56
Figura 3.18.	Efecto del pH sobre la remoción de amarillo titán.....	57
Figura 3.19.	Efecto del pH sobre la remoción de tartrazina.....	58
Figura 3.20.	Efecto del pH sobre la remoción de violeta de metilo.....	60
Figura 3.26.	Espectros IR del rojo congo puro y FeNPs- rojo congo.....	62
Figura 3.27.	Espectros IR de amarillo titán puro y FeNPs- amarillo titán.....	63
Figura 3.28.	Espectros IR de violeta de metilo puro y FeNP- violeta de metilo.....	64
Figura 3.29.	Espectros IR de tartrazina puro y FeNPs- tartrazina.....	65

LISTA DE ANEXOS

Anexo 1.	Acondicionamiento del método por Espectroscopia UV-Vis.....	78
Anexo 2.	Resultados generales de los análisis de colorantes usando FeNPs.....	89

RESUMEN

En el presente estudio se sintetizaron nanopartículas de hierro cerovalentes (FeNPs) para la remoción de cuatro colorantes sintéticos: rojo congo, amarillo titán, tartrazina y violeta de metilo en agua. Las FeNPs se prepararon por reducción del cloruro férrico con borohidruro de sodio en medio inerte, con un rendimiento de reacción del 91,82 %. Para evaluar el efecto de la remoción de los colorantes usando las FeNPs, se emplearon concentraciones de 25, 50 100, 150 y 200 g/L de FeNPs con tiempos de contacto en agua de 10, 20 y 30 minutos, y se analizó la variación de pH a 3, 5, 7, 9 y 11.

Las nanopartículas sintetizadas se caracterizaron por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés) y con detector de Rayos X (EDX). Se verificó la remoción de los colorantes en agua por Espectroscopía de Infrarrojos con Transformada de Fourier (FT-IR) y Espectroscopia UV-Vis. De acuerdo a los resultados, se obtuvieron nanopartículas agregadas en forma de hilo de 53.3, 60.4 y 92.1 nm. El análisis elemental SEM-EDX identificó la presencia de hierro en 86.2%. Por Espectroscopía FT-IR se comparó el espectro de cada colorante puro con el del complejo FeNPs-colorante, para constatar el acoplamiento del colorante por acción de las nanopartículas.

Los parámetros más adecuados de remoción se dieron al emplear 200 g/L de FeNPs con un tiempo de contacto en agua de 30 minutos. Se logró una eficiencia de remoción máxima del 95,55% para el rojo congo, 85,96% para el amarillo titán, 83,28% para la tartrazina y 95,96% para el violeta de metilo. Respecto a la variación del pH, la remoción se vio favorecida al usar pH 3, con una eficiencia del 96,81% para el rojo congo, 92,55% para el

amarillo titán, 90,01% para la tartrazina y 98,71% para el violeta de metilo. La aplicabilidad de las nanopartículas de hierro cerovalentes se demostró con la rápida y fácil decoloración del agua contaminada con los colorantes.

Palabras claves: nanopartículas de hierro cerovalentes, remoción de colorante, tratamiento de aguas residuales

ABSTRACT

In this study, zerovalent iron nanoparticles (FeNPs) were synthesized and later applied to remove four synthetic dyes (congo red, titan yellow, tartrazine and methyl violet) from water. FeNPs were prepared by reducing ferric chloride with sodium borohydride in inert medium, with a reaction yield of 91,82%. To evaluate the removal effect of the dyes using the nanoparticles, concentrations of 25, 50, 150 and 200 g / L of FeNPs were considered along with contact times in water of 10, 20 and 30 minutes; pH influence was also studied by setting the following values: 3, 5, 7, 9 and 11. Zerovalent iron nanoparticles were characterized by Scanning Electron Microscopy with X-ray detector (SEM-EDX). Dye removal in water was verified by Infrared Spectroscopy with Fourier Transform (FT-IR) and UV-Vis Spectrophotometry.

Results showed that nanoparticles form thread-shape aggregates with sizes of 53.3, 60.4 and 92.1 nm. Elemental analysis by SEM-EDX identified the presence of iron with a concentration of 86.2%. By FT-IR spectroscopy the coupling of dye-nanoparticles was verified by comparison of the spectra of each pure dye with the FeNPs-dye.

Applicability of the zero-valued iron nanoparticles was demonstrated by the quick and easy decoloration of the water contaminated with the dyes. The most suitable removal parameters were obtained by using 200 g/L FeNPs with a contact time of 30 minutes, where the following values were reached: 95.55% for red congo, 85.96% for titanium yellow, 83.28% for tartrazine, and 95.96% for methyl violet. In regard to pH variation, removal was favored by using pH 3, with an efficiency of 96.81% for red congo, 92.55% for titan yellow, 90.01% for tartrazine and 98.71% for methyl violet.

Keywords: zerovalent iron nanoparticles, dye removal, wastewater treatment

INTRODUCCIÓN

La nanotecnología tiene como objetivo el estudio, diseño y manipulación de materia en escala nanométrica. La gran ventaja que ofrece la nanotecnología es la capacidad de crear materiales con características novedosas al emplear nanopartículas.

Las nanopartículas son estructuras con dimensiones menores a 100 nm que exhiben propiedades únicas, las cuales son dependientes del tamaño y forma de las mismas. Los nanomateriales pueden presentar propiedades ópticas, térmicas, catalíticas, magnéticas, entre otras, que los convierten en un objeto de gran interés científico gracias al amplio alcance de aplicación que poseen. Entre los principales campos de aplicación de las nanopartículas se encuentran la medicina, la electrónica, la química y el medioambiente.

En el campo ambiental, se destacan las nanopartículas de hierro cerovalentes para la remediación de suelos y agua, por su baja toxicidad, fácil separación, diminuto tamaño y alta reactividad. Se han realizado varios estudios sobre la remoción de contaminantes (disolventes organoclorados, pesticidas, metales pesados, colorantes sintéticos) empleando éste tipo de nanopartículas con resultados prometedores.

En el presente trabajo se sintetizaron nanopartículas de hierro cerovalentes por reducción química, usadas para la remoción de cuatro colorantes en agua (rojo congo, amarillo titán, tartrazina y violeta de metilo).

El contenido de esta investigación está establecido en cuatro capítulos que se detallan a continuación:

En el Capítulo I se describe el marco teórico, el cual corresponde a los conceptos generales de la nanotecnología, así como la síntesis, propiedades y aplicaciones de las nanopartículas de hierro cerovalentes. Se habla también de los colorantes sintéticos utilizados en el procedimiento experimental y el proceso de remoción al emplear las nanopartículas.

El Capítulo II corresponde a la metodología utilizada en el trabajo. Se detalla el proceso de síntesis de las nanopartículas de hierro cerovalentes, así como las diferentes técnicas utilizadas para su caracterización: Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Espectroscopía de Infrarrojos con Transformadas de Fourier (FT-IR). Por último, se describe el proceso de remoción de los colorantes y la caracterización del residuo de la remoción por Espectroscopía UV-Vis y de Infrarrojos con Transformadas de Fourier (FT-IR).

El Capítulo III muestra todos los resultados obtenidos en la investigación, en conjunto con la discusión correspondiente para su mejor entendimiento.

Finalmente, en el Capítulo IV se presentan las conclusiones y recomendaciones para el estudio realizado.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO

1.1. NANOCIENCIA Y NANOTECNOLOGÍA

La nanociencia es una rama de la ciencia que se encarga del estudio de las nanoestructuras, objetos de tamaño entre 1 y 100 nanómetros (nm), y de los procesos fundamentales que ocurren en ellas [1]. Para tener una idea de la dimensión de estas estructuras es necesario analizar la escala nanométrica. La palabra “nano” es un prefijo que proviene de la palabra griega (*νᾶνος*) que significa “enano”. En el Sistema Internacional de Unidades, esta palabra se utiliza para indicar un factor de 10^{-9} , así pues un nanómetro es la mil millonésima parte de un metro [2].

La nanotecnología se centra en el diseño, manipulación y fabricación de materiales a escalas nanométricas con el fin de darles una aplicación específica [1]. Es un término usado para referirse al uso y construcción de estructuras que tienen al menos una dimensión medida en nanómetros. Estos materiales suelen ser diseñados con el objetivo de exhibir novedosas propiedades ya sean físicas, químicas o biológicas, siendo éstas el producto del tamaño limitado de las moléculas que los constituyen [3].

El interés en la nanotecnología radica en que con la manipulación de la materia a tamaño nanométrico surgen nuevas propiedades totalmente diferentes de las que se presentan en la

materia a tamaño normal (macrométrico) [4]. El cambio de propiedades en materiales nanométricos ocurre porque la relación entre superficie/volumen es mucho más alta cuando se reduce su tamaño. Al disminuir su tamaño la relación entre la cantidad de átomos que se encuentran en la superficie y los que están en el centro aumenta, provocando que el material desarrolle nuevas propiedades [2]. Los científicos aprovechan la ventaja que brinda esta tecnología para desarrollar materiales novedosos, de bajo costo y con propiedades únicas.

1.2. ¿QUÉ SON LAS NANOPARTÍCULAS?

Las nanopartículas, simbolizadas como “NPs”, son nanoestructuras de tamaño nanométrico, con un diámetro menor a 100 nm [5]. Las nanopartículas pueden ser sintetizadas partiendo de materiales variados como: proteínas, polisacáridos, polímeros sintéticos o sales inorgánicas. La selección de los materiales que se utilizan como matriz para la producción de nanopartículas depende de factores como el tamaño de partícula, el campo de aplicación, la biodegradabilidad, biocompatibilidad, toxicidad, entre otros [6].

Los usos que se pueden dar a las nanopartículas son variados. Su desarrollo ha tenido gran impacto en áreas como la medicina, la contaminación ambiental, la informática, la construcción. El hecho de que sus propiedades puedan controlarse y modificarse, es una gran ventaja para el mundo científico e industrial.

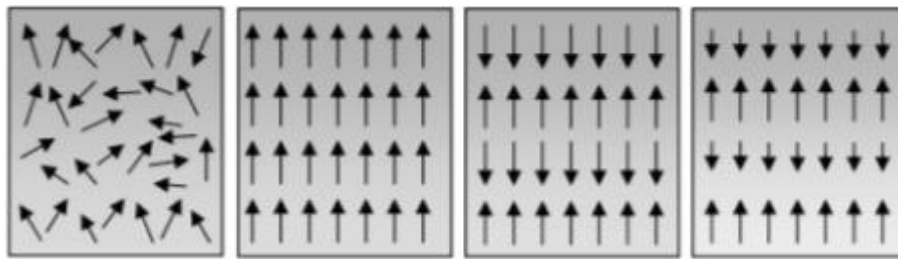
1.3. NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS

Si una nanopartícula reacciona y puede ser manipulada en presencia de un campo magnético, se le confiere el nombre de nanopartícula magnética (MNPs, por sus siglas en inglés). Entre los elementos que tienen la capacidad de formar MNPs están el hierro, el cobalto, el níquel y sus respectivos óxidos [7].

El magnetismo de un material depende de los átomos que lo constituyen, específicamente de sus electrones, y se produce cuando existen pequeños dipolos magnéticos atómicos [8]. El movimiento de los electrones alrededor de su núcleo y el momento magnético nuclear, producen dipolos magnéticos [9].

Los materiales o sólidos macrométricos magnéticos pueden ser clasificados por la forma en que reaccionan cuando están expuestos a un campo magnético externo. La Figura 1 muestra los tipos de respuesta magnética que los materiales presentan al contacto con un campo magnético. Un material que presenta paramagnetismo (Figura 1.1 a) está compuesto por átomos que tienen electrones desapareados y las interacciones entre sus dipolos son débiles. La respuesta magnética de estos materiales se da en dirección al campo aplicado, es decir que los dipolos se alinean en el mismo sentido del campo magnético externo. Sin embargo, una vez que el campo es retirado la alineación se pierde, provocando un momento magnético nulo [10].

Si la alineación de los dipolos se da en forma antiparalela, el momento magnético se anula, como se muestra en la Figura 1.1 c, produciendo antiferromagnetismo. Por el contrario, cuando la alineación de los dipolos se produce en forma opuesta y el momento magnético no se anula, el material presenta ferrimagnetismo (Figura 1.1 d) [10].



a) Paramagnético b) Ferromagnético c) Antiferromagnético d) Ferrimagnético

Figura 1.1. Respuesta de los materiales al campo magnético [10]

El ferromagnetismo está asociado con el espín de los electrones. La interacción entre los electrones es mucho más fuerte que la producida en el paramagnetismo, lo que ocasiona que los dipolos se alineen unos con otros paralelamente, como se observa en la Figura 1.1 b. Los materiales ferromagnéticos retienen su magnetización a pesar de existir una ausencia del campo magnético externo [9]. En elementos ferromagnéticos como el Fe, Ni y Co, la alineación de los dipolos se aprecia en forma de dominios, llamados “dominios de Weiss”. En cada dominio los espines están alineados en un mismo sentido y una sola dirección, como se puede ver en la Figura 1.2.

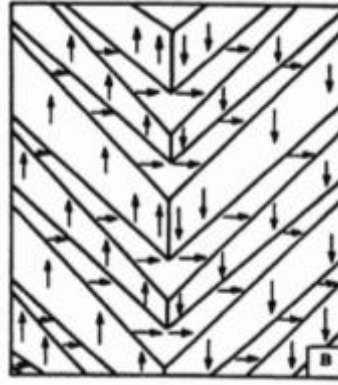


Figura 1.2. Representación de los dominios magnéticos de Weiss sobre la superficie del hierro [11]

La forma de magnetización que tienen las partículas magnéticas macrométricas es diferente al de su contraparte nanométrico. Los primeros presentan ferromagnetismo gracias a la presencia de multidominios en la partícula; mientras que en las nanopartículas se presenta un tipo de magnetización conocida como “superparamagnetismo” debido a la presencia de un monodominio en su superficie [12]. Los monodominios se forman por la disminución de la partícula a un tamaño conocido como diámetro crítico [9]. En la Figura 1.3 se puede observar cómo al reducir el tamaño de una partícula de hierro se forma una nanopartícula con un solo dominio. Para el hierro, el diámetro crítico establecido es de aproximadamente 100 nm [8].

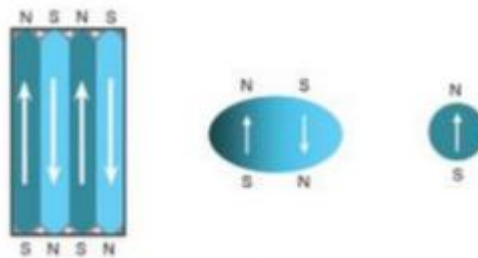


Figura 1.3. Multidominios y monodominio de una partícula de hierro [8]

1.4. NANOPARTÍCULAS DE HIERRO CEROVALENTES

El uso de las partículas de hierro cerovalentes como agente de remediación ambiental data del año 1990, cuando se desarrollaron partículas granulares de ión hierro cerovalente para utilizarlas en sistemas con barreras reactivas permeables [13]. Desde entonces, el estudio y la aplicación de estas partículas en el tratamiento de aguas contaminadas y remediación *in situ* no ha parado, hasta llegar al desarrollo de las nanopartículas de hierro cerovalentes (con tamaños menores a 100 nm), las cuales tienen una gran capacidad y eficacia para reaccionar con sustancias tóxicas vía intercambio iónico, precipitación de iones y adsorción [14]. Estudios realizados sobre este tema, han mostrado resultados positivos en la remoción de contaminantes ambientales como: compuestos orgánicos clorados, tintes orgánicos, PCBs e iones metálicos como As(III), Pb(II), Cu(II), Ni(II) y Cr(VI) [15].

Las FeNPs tienen forma esférica y exhiben una estructura llamada “núcleo-coraza”. Como se puede apreciar en la Figura 1.4, la zona del núcleo de la nanopartícula está compuesta por iones de hierro cerovalentes, mientras que la coraza es una mezcla de iones de óxidos de hierro de diferente valencia, generada por la oxidación del ión metálico. La presencia de estos iones en la estructura de las FeNPs brinda a la nanopartícula sitios para la formación de complejos (producto de los iones de la coraza) y le confiere el carácter reductor necesario para reaccionar con los contaminantes ambientales (producto de los iones del núcleo). En la Figura 1.4 se muestra el mecanismo en que las nanopartículas de hierro cerovalente reaccionan con dos contaminantes: los metales y los compuestos organoclorados. Los organoclorados se reducen al reaccionar con las FeNPs mientras que los metales pueden reducirse o adsorberse, dependiendo de con que parte de la

nanopartícula reaccione. Las nanopartículas de hierro cerovalentes se presentan como coloides, tienen una gran tendencia a agregarse y una facilidad para adherirse a superficies como suelos y sedimentos [13].

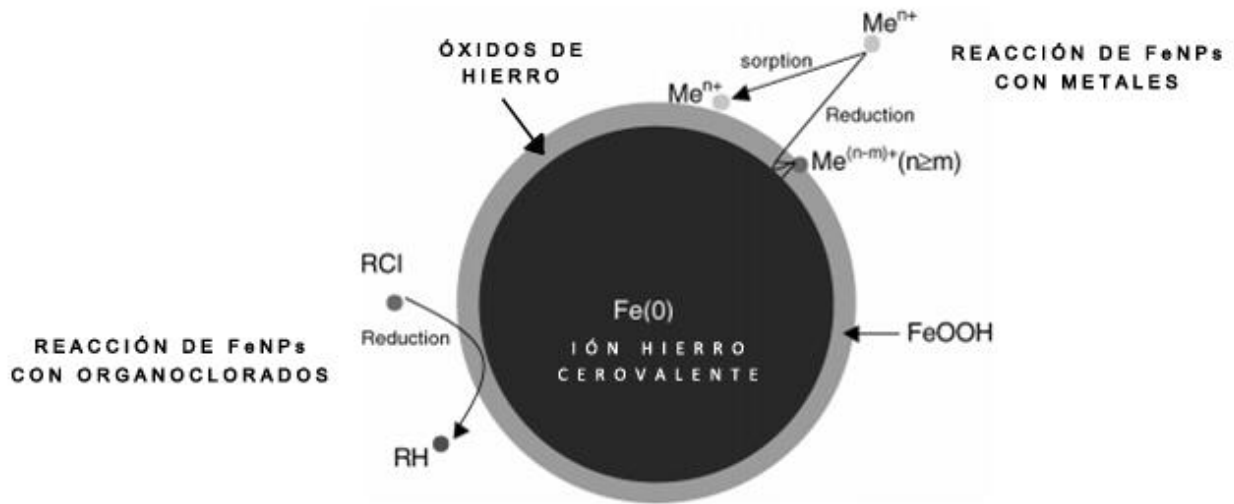


Figura 1.4. Estructura núcleo-coraza de las FeNPs [13]

La síntesis de las nanopartículas de hierro cerovalentes puede llevarse a cabo partiendo de dos acercamientos diferentes: *top-down* y *bottom-up*. El primero, que es un proceso de miniaturización, se basa en que las nanopartículas se forman partiendo de un proceso de rotura de materiales macrométricos hasta lograr que la partícula entre en la nanoescala. El segundo, toma átomos y moléculas y los acopla hasta formar estructuras nanométricas [16].

Uno de los métodos *bottom-up* más comúnmente utilizado para la síntesis de FeNPs es la reducción de iones férricos o ferrosos con un agente reductor, el borohidruro de sodio, que

gracias a su simplicidad en cuanto a los reactivos y equipos necesarios, puede realizarse en cualquier laboratorio químico [13].

Este tipo de nanopartículas son usadas ampliamente en el campo ambiental como poderosos adsorbentes o catalizadores para la destrucción de diversos contaminantes. Se considera que el tratamiento del agua con nanopartículas de hierro cerovalentes para remover contaminantes como metales y compuestos orgánicos, es menos costoso y más efectivo [17].

Cabe recalcar que el contacto con las nanopartículas de hierro cerovalentes puede provocar algunas alteraciones en la salud, por lo que es necesario tener una correcta manipulación de las mismas. Se debe evitar la inhalación de estas partículas por riesgos de irritación de las membranas mucosas y tracto respiratorio, de igual manera se recomienda evitar el contacto con ojos y piel pues puede causar irritación [18].

1.5. COLORANTES SINTÉTICOS

Un colorante es una sustancia química usada para teñir o dar color. Existen dos tipos de colorantes: los naturales y los sintéticos. El primer colorante sintético se descubrió de forma accidental en 1856 por W.H. Pekin cuando intentaba sintetizar quinina. Pekin descubrió la mauveína, conocido también como púrpura de Pekin, al oxidar anilina que contenía toluidina como impureza. Estos compuestos deben su coloración a los grupos cromóforos, que son estructuras orgánicas presentes dentro de su molécula [19].

Antes de hablar acerca de los grupos cromóforos, es necesario comprender como funciona la absorción de luz por parte de una sustancia. La luz está compuesta por bandas que tienen diferentes longitudes de onda y el ojo humano es sensible solo al rango de longitudes de onda que va de los 400 a los 700 nm. A este rango se le llama espectro electromagnético visible, y como se puede ver en la Figura 1.5 va desde el color violeta hasta el rojo. Cuando una sustancia absorbe luz y todas las bandas pueden ser reflejadas, la sustancia se ve blanca. Si todas las bandas de diferente longitud de onda son absorbidas, la sustancia se verá negra. Y si, por el contrario, una parte de la luz es absorbida mientras que otra parte es reflejada, la sustancia se verá coloreada [20].



Figura 1.5. Espectro electromagnético visible [21]

En los colorantes sintéticos siempre están presentes uno o más grupos cromóforos acompañados de anillos aromáticos. Algunos grupos cromóforos conocidos: azo ($N=N$), nitroso ($N=O$), azoxi ($N=N-O$), carbonilo ($C=O$), etileno ($C=C$). En su mayoría, los grupos cromóforos están formados por enlaces dobles conjugados, pues estos compuestos suelen absorber luz en la parte del espectro visible [20]. Además de los cromóforos, los colorantes suelen tener grupos auxocromos en su estructura. Estos grupos permiten alterar la longitud de onda de los cromóforos hacia diferentes valores, ya sean mayores o menores, intensificando así el color. Entre los grupos auxocromos presentes en los colorantes se

encuentran: grupo funcional amino, grupo hidroxilo, halógenos, etc. Los colorantes pueden ser clasificados dependiendo del grupo cromóforo presente en el compuesto [21].

No se hablará de la clasificación de los colorantes a detalle, únicamente se describirán los colorantes usados en el presente trabajo. Tres de ellos pertenecen a la familia de los azo compuestos (rojo congo, amarillo titán y tartrazina) y uno pertenece a los derivados del triarilmetano (violeta de metilo).

1.5.1. COLORANTES AZOICOS

Los colorantes azoicos presentan en su estructura un enlace $N=N$ conjugado con anillos aromáticos en ambos extremos, este tipo de conjugación es la responsable de su coloración. Como grupos auxocromos suelen presentar grupos NH_2 o ácidos sulfónicos, en ocasiones pueden existir ambos en su estructura. Las estructuras derivadas azoicas más simples presentan coloraciones amarillas o naranjas; y a medida que sus estructuras se tornan más complejas pueden adquirir colores rojos, violetas e incluso llegando a tomar color negro, como por ejemplo el negro brillante E151 [22]. Este tipo de colorante es considerado como el grupo más grande y corresponde aproximadamente al 60-70 % de la cantidad de colorantes usados en la industria alimenticia y textil [23].

1.5.1.1. ROJO CONGO

El rojo congo, derivado del azobenceno, es un diazo colorante que tiene en su estructura dos enlaces $N=N$ y cuatro grupos auxocromos, como se puede ver en la Figura 1.6.

Gracias a su estructura tiene una alta solubilidad en agua y etanol, lo que permite su uso como indicador de pH. El rango de pH de este colorante es de 3-5, en condiciones de pH menor a 3 el rojo congo tiene un color azul, a pH mayor a 5 es de color rojo. En estado sólido se presenta como un polvo rojo parduzco [24]. Otra de las aplicaciones de este colorante es en biología, donde es usado para teñir el citoplasma y los eritrocitos. Se lo usa también para la detección de amiloide en pacientes con amiloidosis [25]. El rojo congo era muy usado en la industria textil, sin embargo debido a su toxicidad (se ha reportado como cancerígeno y mutagénico) y a que mancha fácilmente otras telas se ha disminuido su uso [26].

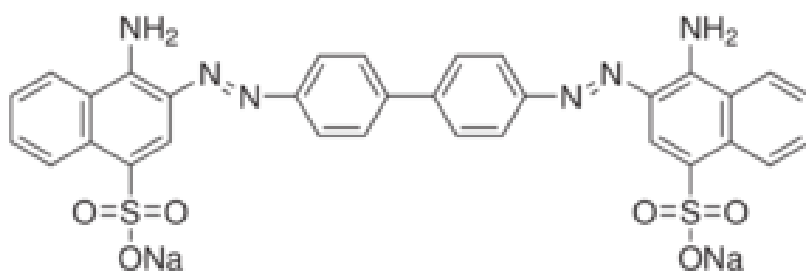


Figura 1.6. Estructura del rojo congo [25]

1.5.1.2. AMARILLO TITÁN

El amarillo titán pertenece a dos grupos de colorantes: los azo y los tiazol. Como colorante azoico presenta enlaces N=N en su estructura, y como derivado del tiazol presenta en su estructura anillos tiazólicos con nitrógeno y azufre. La Figura 1.7 es la representación gráfica de la estructura química del amarillo titán. Al igual que el rojo congo, este

colorante no solo presenta grupos cromóforos en su estructura (enlace azo, C=N), sino que también existen grupos auxocromos (ácido sulfónico, aminos). Es usado como indicador de pH, con una escala de 11-13, a pH menor a 11 la solución es de color amarillo, mientras que a pH mayor a 13 es roja [24]. El amarillo titán es usado en la determinación de magnesio y como agente de tinción en biología [27]. En la industria textil se lo puede utilizar para la tinción de nylon y cuero [28]. Este colorante puede causar irritación en los ojos, piel y el tracto respiratorio [29].

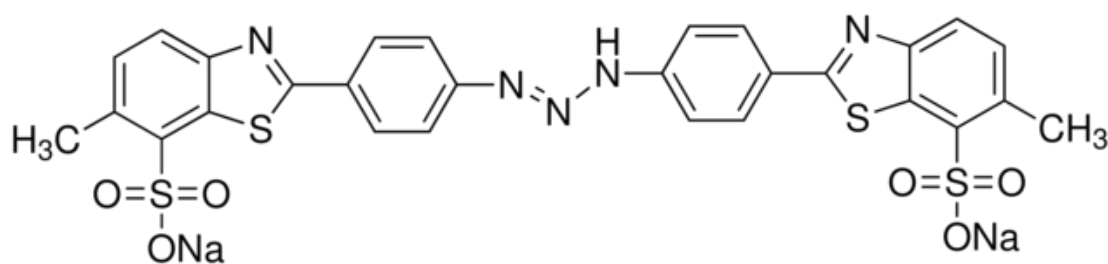


Figura 1.7. Estructura del amarillo titán [24]

1.5.1.3. TARTRAZINA

La tartrazina es considerada como el colorante sintético menos tóxico, lo que permite su uso en la industria alimenticia como un aditivo que proporciona color a los alimentos [30]. Al igual que los dos colorantes detallados anteriormente, pertenece al grupo de los azo y presenta enlaces N=N y C=N como grupos cromóforos, y ácido sulfónico como grupo auxocromo, como se puede ver en la Figura 1.8.

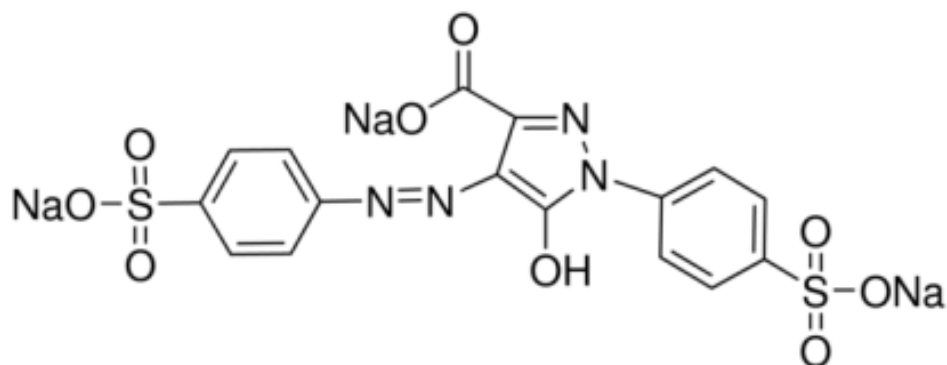


Figura 1.8. Estructura de la tartrazina [31]

1.5.2. DERIVADOS DEL TRIARILMETANO

Los derivados del triarilmetano son colorantes sintéticos que están formados por estructuras moleculares de trifenilmetano. Se encuentran entre los primeros en haber sido descubiertos, siendo la fucsina el primer colorante de este tipo en haber sido sintetizado por E. Verguin en 1.858 [32]. Industrialmente, los colorantes derivados del triarilmetano corresponden al 30-40 % de colorantes usados en la industria textil en materiales como seda, algodón o nylon [33].

1.5.2.1. VIOLETA DE METILO

El violeta de metilo es un colorante derivado del triarilmetano que tienen en su estructura una mezcla de *N-tetra*, *N-penta* y *N-hexametil* p-rosanilinas. La intensidad de este colorante depende de que tan metilado este el compuesto. Cuando tiene 4 metilos se lo

conoce como violeta de metilo 2B y su color es menos intenso que el resto, si tiene 5 se llama violeta de metilo 6B y si tienen 6 metilos el compuesto se llama violeta de metilo 10B o cristal violeta, el cual tiene un color mucho más oscuro que los dos anteriores. La aplicación del violeta de metilo también depende del número de metilos que posee [34]. El violeta de metilo 6B se suele utilizar en química como indicador de pH, con un rango que va de 0-1,6. Cuando el pH en solución es menor a 1,6 su coloración es amarilla y a pH mayor a 1,6 tiene su característico color violeta azulado [35]. El violeta de metilo 10B es muy utilizado en medicina como ingrediente principal de la tintura de Gram, usado en la clasificación de bacterias [36]. En este trabajo se usó el violeta de metilo 6B, cuya estructura se puede observar en la Figura 1.9.

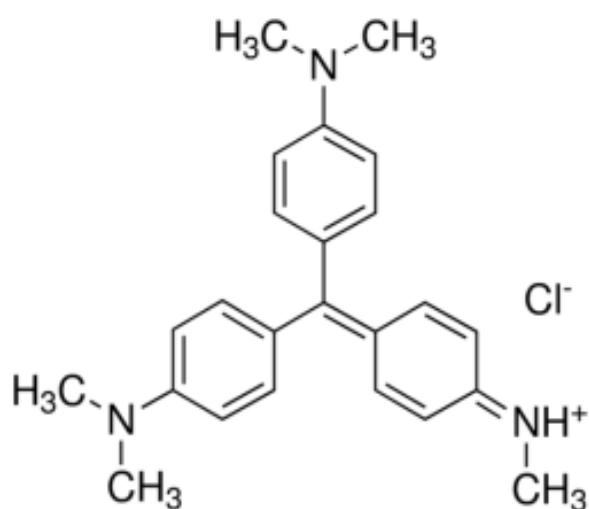


Figura 1.9. Estructura del violeta de metilo 6B [36]

1.6. REMOCIÓN DE COLORANTES SINTÉTICOS DEL AGUA USANDO FeNPs

La industria textil es considerada como uno de los mayores contaminadores del agua en el mundo. El Banco Mundial estima que el 20 % de los contaminantes del agua provienen del teñido de fábricas y los tratamientos dados a las telas. Millones de litros de agua son utilizados a diario para la producción de textiles y un gran porcentaje de estos litros se descargan a los ríos y lagos, muchas veces sin recibir tratamiento previo para eliminar contaminantes que perjudican al medio ambiente [37].

Entre los compuestos tóxicos que se encuentran en aguas residuales provenientes de la industria textil, están los colorantes sintéticos. Al tener en su estructura grupos aromáticos complejos, los colorantes son resistentes a la luz, a la temperatura y a los oxidantes; estas características los hacen no bio-acumulables y difíciles de degradar en los seres vivos, lo que causa enfermedades o que pueden llegar a ser mortales [38].

En la actualidad, se han investigado técnicas para la remoción de estas sustancias en agua. Las nanopartículas de hierro cerovalentes han recibido mucha atención en este tipo de tratamientos ya que gracias a su alta reactividad se las utiliza en la remoción de contaminantes del agua. Otras ventajas del uso de FeNPs son su baja toxicidad y su fácil separación [16].

En la Figura 1.10 se muestra la forma en que las nanopartículas de hierro cerovalentes reaccionan con diversos contaminantes. Como se puede observar en la imagen, las FeNPs

reaccionan con los colorantes provocando que estos se reduzcan o se oxiden (si hay presencia de oxígeno disuelto). La reacción de reducción entre las nanopartículas y el colorante genera átomos de hidrógeno que inducen al rompimiento del grupo cromóforo y destruyen el sistema conjugado del colorante permitiendo la decoloración de la solución.

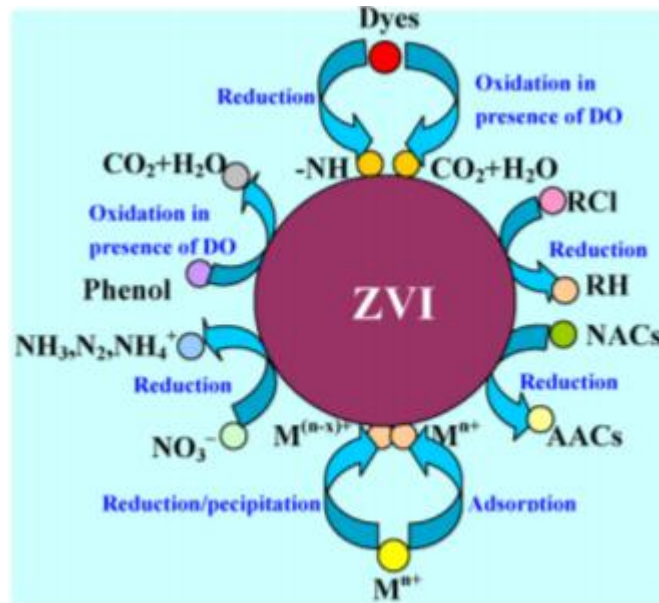


Figura 1.10. Reacción de las FeNPs con diferentes contaminantes ambientales [39]

CAPÍTULO II

2. MATERIALES Y MÉTODOS

La metodología del trabajo experimental consistió en las siguientes etapas:

- a. Síntesis de Nanopartículas de hierro cerovalentes.
- b. Caracterización por Microscopía Electrónica de barrido y Espectroscopía de Infrarrojos.
- c. Remoción de colorantes del agua y caracterización del residuo por UV-Vis y FT-IR.

2.1. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE HIERRO CEROVALENTES

Las nanopartículas de hierro cerovalentes se sintetizaron por una reacción de reducción del cloruro férrico (FeCl_3) con el borohidruro de sodio (NaBH_4) en medio acuoso, siguiendo el método propuesto por Sun *et al* [15]. Se prepararon 100 mL de una FeCl_3 0,6 M. La solución se colocó en un balón de fondo plano de 250 mL y se adicionaron 25 mL de etanol y 5 mL de agua destilada. Paralelamente, se colocaron 100 mL de una solución NaBH_4 0,8 M en un embudo de separación de 100 mL.

Desde el embudo se añadió la solución de NaBH_4 a la del cloruro férrico con velocidad controlada de 1 gota por segundo. La mezcla se mantuvo en agitación constante a 400 rpm

por 30 minutos bajo atmósfera inerte, para lo que se empleó un globo lleno de helio con el objetivo de evitar la oxidación de las nanopartículas, tal como se muestra en la Figura 2.1. Utilizando un superimán de neodimio (NdFeB Supermagnete®) las nanopartículas se separaron de la fase acuosa y se lavaron cuatro veces utilizando agua desionizada y etanol absoluto en porciones de 15 mL cada una. Para cada lavado, se colocó el balón en un baño de ultrasonido marca Branson 3510 por 10 minutos.

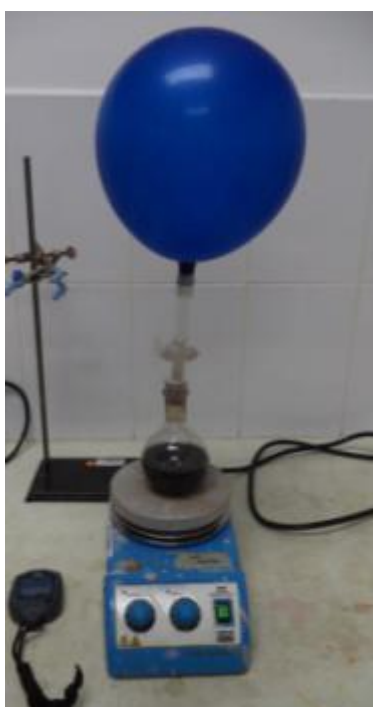


Figura 2.1. FeNPs expuestas a atmósfera inerte

Una muestra de las FeNPs se almacenó en un frasco de vidrio ámbar con etanol para su conservación, mientras una segunda muestra se secó hasta eliminar el etanol con un secador Revlon® para ensayos posteriores por Espectroscopía FT-IR.

2.1.1. RENDIMIENTO DE LA SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE HIERRO CEROVALENTES

Para calcular el rendimiento de la reacción, se realizaron cinco procesos de síntesis bajo las mismas condiciones y siguiendo el mismo protocolo. Se utilizó una balanza analítica marca Mettler Toledo® para pesar el balón de fondo plano antes y después de la síntesis con la finalidad determinar la cantidad de nanopartículas de hierro cerovalentes por diferencia de peso. Por relación estequiométrica entre los reactivos y productos se determinó el rendimiento de la síntesis, utilizando la siguiente reacción química:



2.2. CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS

La caracterización de las nanopartículas de hierro cerovalentes se realizó por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) con detector de rayos X (EDX) para determinar su tamaño y composición elemental. Los análisis SEM-EDX se llevaron a cabo en el Laboratorio de Materiales del Instituto del Plástico (AIMPLAS) en Paterna-España. Por Espectroscopia de Infrarrojos (FT-IR) se obtuvo el espectro IR base de las nanopartículas de hierro cerovalentes antes del proceso de remoción de colorantes en agua.

2.2.1. MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM)

El Microscopio de Barrido Electrónico (SEM, por sus siglas en inglés) es un instrumento capaz de generar imágenes de la superficie de una muestra con alta resolución mediante un delgado haz de electrones que recorre la superficie de la misma. Cuando el haz barre la muestra, se generan electrones secundarios de baja energía que son captados por un detector, esta señal es amplificada y transformada en corriente eléctrica, que permiten reconstruir la imagen de la superficie de la muestra en un monitor [40].

El SEM se compone de tres partes principales: la fuente de electrones que genera el haz de electrones primarios mediante un alambre de tungsteno; los lentes electromagnéticos, cuyo objetivo es enfocar el haz de electrones hacia la muestra y están compuestos de placas que se mantienen con una diferencia de potencial que causa una aceleración de los electrones; y un sistema de detectores que capta la señal y la interpreta [41].

Existen varios detectores que pueden ser usados en un análisis por SEM. El detector de electrones secundarios (SE) con el cual se obtiene una imagen de alta resolución en blanco y negro de la superficie de la muestra. Con el detector de electrones retrodispersados (BSE) se obtiene una imagen parecida a la del SE pero con una menor resolución, la ventaja que presenta este detector es una alta sensibilidad a las variaciones del número atómico de los elementos que se encuentran en la superficie de la muestra. Usando el detector de rayos X (EDX) se puede llevar a cabo un análisis cualitativo y cuantitativo para conocer la composición elemental de la muestra [42].

2.2.1.1. TAMAÑO Y ANÁLISIS ELEMENTAL DE LAS NANOPARTÍCULAS DE HIERRO CEROVALENTES POR SEM-EDX

Para el análisis por SEM-EDX fue necesario que las nanopartículas estuviesen completamente secas, lo que se logró con ayuda de un secador Revlon®, hasta eliminar el disolvente presente en la muestra.

Se colocó una pequeña cantidad de muestra en un portamuestras que tenía un adhesivo de carbono para asegurar que el polvo quede pegado a la superficie del mismo. El requisito para este tipo de análisis es que las muestras sean conductoras, para lo cual se utilizó un metalizador de marca Quorum, modelo Q150R ES, que se puede observar en la Figura 2.2.



Figura 2.2. Metalizador Quorum Q150R

Una vez preparada la muestra, se analizó el tamaño de partícula y se obtuvo el espectro SEM-EDX usando un Microscopio Electrónico de Barrido marca Phenom, modelo Phenom ProX que se muestra en la Figura 2.3.



Figura 2.3. Microscopio Electrónico de Barrido marca Phenom

2.2.2. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJOS

La espectroscopia de infrarrojos se basa en emitir sobre la muestra radiación que se encuentra en la región infrarroja del espectro (5.000 cm^{-1} a 670 cm^{-1}), y que no es lo suficientemente fuerte para alterar permanentemente la molécula; sin embargo, tiene la energía necesaria para producir vibraciones de tensión/estiramiento y de flexión/deformación en sus enlaces [43]. Cuando se producen vibraciones de tensión en los enlaces, se produce un cambio, de forma continua y sin abandonar el eje del enlace, en la distancia entre sus átomos. Existen dos tipos de vibraciones de tensión: simétrica y asimétrica. En las vibraciones de flexión se dan cambios en el ángulo entre dos enlaces y se dividen en cuatro tipos de vibraciones: de tijera, de balance, de aleteo y de torsión [44]. Todas estas vibraciones pueden observarse en la Figura 2.4.



Figura 2.4. Tipos de vibraciones de tensión y flexión que pueden darse al irradiar radiación infrarroja sobre una molécula [43]

Cabe recalcar que en una molécula no todos los enlaces pueden absorber la radiación infrarroja, esta es una característica que solamente presentan las moléculas orgánicas en las que se ha dado un cambio en el momento dipolar durante la vibración [44].

Se utiliza la espectroscopia de infrarrojos para el análisis cualitativo de un compuesto orgánico, debido a que cada enlace y grupo funcional absorbe energía a frecuencia distinta y por lo tanto es posible determinar la estructura del compuesto o molécula [43].

2.2.2.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS FeNPs POR FT-IR

Las nanopartículas de hierro cerovalentes secas se analizaron en un Espectrofotómetro FT-IR de marca Perkin Elmer, modelo Spectrum BX (Figura 2.5). El análisis se realizó en un rango de longitud de onda de 400 a 4.000 cm^{-1} utilizando un acople ATR, que permite la lectura de las muestras sólidas sin necesidad de realizar un proceso de preparación previa.

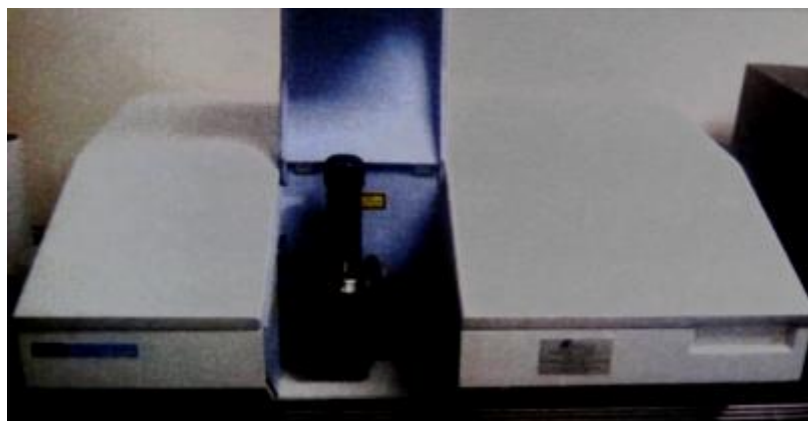


Figura 2.5. Espectrofotómetro de Infrarrojos Perkin Elmer Spectrum BX FT IR

2.3. REMOCIÓN DE COLORANTES DE LOS COLORANTES DEL AGUA.

La remoción de los colorantes en agua utilizando las nanopartículas de hierro sintetizadas, se llevó a cabo siguiendo el protocolo propuesto por Alamillo, V. [45]. Los cuatro colorantes usados fueron: rojo congo, violeta de metilo, amarillo titán y tartrazina.

Se prepararon soluciones stock de cada colorante en balones de 100 mL, como se indica en la Figura 2.4. La concentración de las soluciones para el rojo congo, el amarillo titán y la

tartrazina fue de 75 ppm, mientras que para el violeta de metilo fue de 25 ppm debido al color oscuro de la solución. Por Espectroscopia UV-Vis, se obtuvo el espectro de absorción de cada colorante para determinar la longitud de onda máxima (λ_{\max}) respectiva. A partir de esta solución madre, se prepararon soluciones estándar de cada colorante para determinar su respectiva curva de calibración.



Figura 2.6. Soluciones stock de los colorantes: (a) Violeta de metilo, (b) Amarillo titán, (c) tartrazina y (d) rojo congo

Se analizó el efecto que tienen el tiempo de contacto y la concentración de nanopartículas agregadas sobre la remoción de los colorantes, para lo que se prepararon cinco tubos de ensayo por cada colorante, identificados con números del 1 al 5. Se colocó en cada uno 10 mL de la solución de stock del colorante y concentraciones de 25, 50, 100, 150 y 200 g/L de las FeNPs sintetizadas, respectivamente. Cada tubo se agitó en un vórtex marca Daigger, modelo Genie 2, para asegurar una homogenización. La suspensión se mantuvo

en reposo por 30 minutos y se tomaron alícuotas de 2 mL cada 10 minutos para analizarlas por Espectroscopía UV-Vis con el objetivo de determinar la concentración residual de colorante en la solución.

Se utilizó el superimán de NdFeB para separar el sobrenadante de las FeNPs-colorante de cada alícuota. El sobrenadante se analizó por Espectroscopia UV-Vis para determinar la cantidad residual de colorante en la solución luego de la remoción. Este proceso se repitió 10 veces para asegurar la repetibilidad de los resultados. Los resultados obtenidos se promediaron y se analizaron para determinar la concentración óptima de FeNPs y el tiempo de contacto requerido para una adecuada remoción del colorante. Por otro, lado el sólido se analizó por Espectroscopia FT-IR.

Para analizar el efecto del pH en la remoción, se prepararon cinco tubos de ensayo por cada colorante y se agregó 10 mL de la solución stock de colorante en cada uno. Usando HCl 0,1N y NaOH 0,1N se cambió el pH de cada solución del colorante a 3, 5, 7, 9 y 11 respectivamente, y se agregó la cantidad de FeNPs que se determinó como óptima en el paso anterior. Se agitó en el vórtex y se dejó reposar por un tiempo de contacto de 30 minutos, se tomaron alícuotas de 2 mL cada 10 minutos para analizarlas por espectrofotometría UV-Vis.

2.3.1. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN RESIDUAL DE COLORANTE POR UV-Vis

2.3.1.1. ESPECTROSCOPIA UV-Vis

La espectrofotometría UV-Vis se basa en la absorción de radiación electromagnética de las regiones visible y ultravioleta del espectro electromagnético, por parte de compuestos orgánicos e inorgánicos. La energía absorbida permite que los electrones de orbitales α o π salten de su orbital a uno vacío de mayor nivel energético, es decir que el electrón pasa de su estado basal a un estado excitado. Cuando esto ocurre se libera energía y la señal es captada por un espectrofotómetro UV-visible [46].

Un espectrofotómetro UV-Vis está compuesto por una fuente de energía, un monocromador, un compartimiento para las muestras y un detector. La fuente de energía produce un haz de radiación continua con energía suficiente para excitar a los electrones. El haz producido debe ser policromático, es decir que deberá tener todas las longitudes de onda en la región visible y ultravioleta.

Como monocromador, generalmente se utiliza un prisma por el cual atraviesa luz blanca, la cual luego se dispersa en haces de varios colores a diferentes longitudes de ondas. El uso de filtros o rendijas permite elegir la longitud de onda necesaria para el análisis y una vez seleccionada, el haz atraviesa la muestra excitando electrones a su paso. La señal producida al excitar a los electrones se recibe en los detectores que se encargan de transformarla en una señal eléctrica procesada para mostrarla en un computador [47].

El análisis espectrofotométrico UV-Vis permite determinar la concentración de una sustancia o compuesto en una solución. Mediante este método se pueden analizar compuestos orgánicos que tienen en su estructura dobles enlaces, anillos aromáticos, grupos cromóforos o auxocromos.

2.3.1.2. ANÁLISIS ESPECTROSCÓPICO UV-Vis

Antes de comenzar con el análisis del colorante por Espectroscopia UV-Vis, se elaboró un acondicionamiento del método para asegurar la validez de los resultados. Se realizaron ensayos como: curvas de calibración, linealidad, límites de detección y límites de cuantificación. El acondicionamiento del método, para cada uno de los colorantes analizados en este estudio, se encuentra detallado en Anexo 1.

Las alícuotas de los colorantes tomadas a los 10, 20 y 30 minutos de la remoción, se trasvasaron a celdas de cuarzo y se analizaron inmediatamente en un espectrofotómetro Agilent Technologies Cary 60 UV-vis (Figura 2.7) para determinar la concentración residual de los colorantes en cada muestra. La eficiencia de la remoción de colorante se calculó utilizando la siguiente ecuación:

$$\text{Eficiencia de la remoción (\%)} = \frac{C_0 - C}{C_0} * 100 \quad (2.1)$$

En donde C_0 es la concentración inicial de colorante, mientras que C es la concentración final de colorante luego de la remoción.



Figura 2.7. Espectrofotómetro Agilent Technologies Cary 60 UV-vis

2.3.2. CARACTERIZACIÓN DEL RESIDUO SÓLIDO POR FT-IR

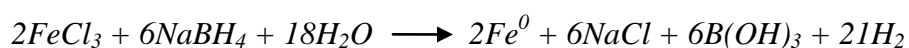
El sólido resultante de la remoción de los colorantes se secó con un secador Revlon® para eliminar el etanol usado como disolvente. Se tomó una pequeña porción de la muestra y se analizó en el Espectrofotómetro de Infrarrojo marca Perkin Elmer Spectrum BX para obtener el espectro IR correspondiente.

CAPÍTULO III

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS

La síntesis de las nanopartículas de hierro cerovalentes se realizó mediante reducción del FeCl_3 en presencia de NaBH_4 , siguiendo el protocolo propuesto por Sun *et al* [15]. El ión Fe^{3+} se reduce a Fe^0 por medio de la siguiente reacción:



Las nanopartículas de hierro cerovalentes se presentaron como polvo fino de color negro en suspensión. Cuando están en contacto con un campo magnético externo producido por un superimán de NdFeB Supermagnete® son atraídas inmediatamente, como se muestra en la Figura 3.1.

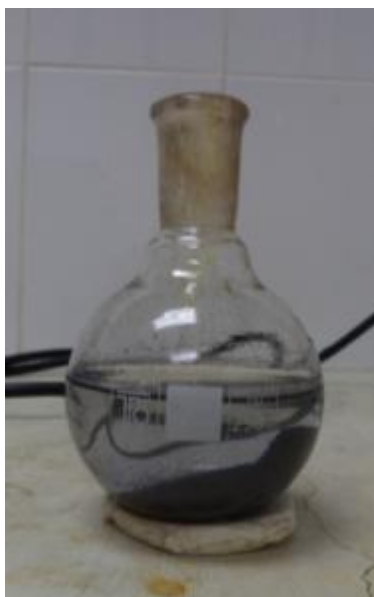


Figura 3.1. FeNPs atraídas por un superimán de NdFeB Supermagnete®

3.1.1. FACTORES CONTROLADOS DURANTE LA SÍNTESIS

En su investigación, Choi *et al* [48] definen factores que afectan las características de las nanopartículas y que se deberían controlar durante la síntesis de FeNPs para obtener nanopartículas de hierro cerovalentes óptimas. A continuación se describen los factores que se controlaron durante el proceso de síntesis de las FeNPs en el presente estudio.

3.1.1.1. VELOCIDAD DE ADICIÓN DEL AGENTE REDUCTOR

La adición del borohidruro de sodio en la síntesis se realizó gota a gota con agitación magnética constante. Es importante controlar que la velocidad de adición del borohidruro de sodio a la solución de cloruro férrico sea constante para asegurar una adecuada

distribución de las FeNPs y evitar aglomeraciones. Una rápida adición del agente reductor causa la formación de nanopartículas de gran tamaño, mientras que una adicción lenta provoca la oxidación de las mismas [48].

3.1.1.2. ATMÓSFERA

Las FeNPs presentan una gran sensibilidad al contacto con el aire y se oxidan con facilidad; para evitar pérdidas en la reactividad por oxidación de las nanopartículas se utiliza una atmósfera inerte [48]. La coloración de las FeNPs sintetizadas determina su grado de oxidación. La obtención de un producto de color negro indica que las nanopartículas no se han oxidado durante la síntesis.

En este estudio, se empleó una atmósfera de helio para garantizar la estabilidad de las nanopartículas de hierro cerovalentes.

3.1.1.3. AGITACIÓN

Es importante que durante la síntesis la velocidad de agitación sea constante, ya que se previene la agregación del precipitado. De igual manera, una agitación adecuada permite controlar que el tamaño partícula sea óptimo [48].

3.1.1.4. ULTRASONIDO

Para evitar la agregación de las FeNPs, característica habitual de las nanopartículas magnéticas, se utiliza un baño de ultrasonido. La aplicación de ultrasonido disgrega y re-dispersa de manera uniforme las nanopartículas en la solución [49].

3.1.1.5. LAVADO

El lavado es una etapa importante en la síntesis, pues ayuda a eliminar cualquier rastro de impurezas en las nanopartículas que puedan interferir con los análisis. Es necesario realizar por lo menos tres lavados consecutivos con etanol para proteger a las nanopartículas y evitar su oxidación [48].

3.1.2. RENDIMIENTO DE LA SÍNTESIS

Para calcular el rendimiento de la síntesis de las nanopartículas se realizaron cinco repeticiones controlando estrictamente la adición del agente reductor (1 gota por segundo) y la velocidad de agitación magnética (400 rpm), condiciones basadas en el trabajo de Sun *et al* [15].

La Tabla 3.1 muestra los resultados del rendimiento de las síntesis de las FeNPs. El rendimiento de la síntesis se calculó empleando la ecuación 3.1 y se obtuvo un porcentaje promedio de 91,82%.

Tabla 3.1. Rendimiento de la síntesis de FeNPs usando NaBH₄ como agente reductor

N° repeticiones	Peso FeCl ₃ (g)	Peso de FeNPs (g)	Peso estequiométrico de FeNPs (g)	Rendimiento (%)
1	8,1106	2,5508	2,7924	91,35
2	8,1087	2,6161	2,7917	93,71
3	8,1098	2,5145	2,7921	90,06
4	8,1102	2,5652	2,7923	91,87
5	8,1115	2,5726	2,7927	92,12
Promedio				91,82

No se encontraron estudios donde se detalle el rendimiento de la síntesis de nanopartículas de hierro cerovalentes al reducir cloruro férrico con borohidruro de sodio específicamente; sin embargo se encontró una investigación realizada por Panturu *et al* [50], en la cual se sintetizaron FeNPs mediante la reacción entre el sulfato de hierro y el borohidruro de sodio. El mayor rendimiento de reacción de esta síntesis fue de 94,5 %.

Comparando el porcentaje de rendimiento conseguido en el presente estudio (91.82%) con el valor de la publicación mencionada anteriormente, se puede constatar que éste resultado se acerca al obtenido por Panturu *et al*, por consiguiente se podría considerar que las condiciones en las cuales se realizó la reacción fueron adecuadas y favorecieron la síntesis de las nanopartículas.

3.2. ANÁLISIS SEM-EDX DE LAS NANOPARTÍCULAS DE HIERRO CEROVALENTES

La Figura 3.2 corresponde a la imagen SEM de la vista panorámica de las nanopartículas de hierro cerovalentes a 290 aumentos. Se analizaron dos zonas de la muestra den las cuales se evidenció la presencia de nanopartículas de hierro cerovalentes en forma agregada y, que a simple vista, parecen cúmulos de color blanco sobre la superficie de la muestra (como se puede observar en las Figuras 3.2 b y c, imágenes tomadas a 1600 y 2900 aumentos, respectivamente).

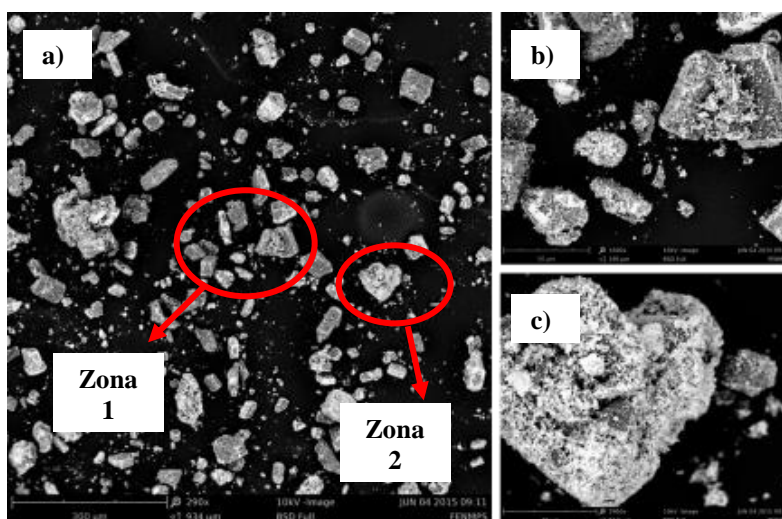


Figura 3.2. a) Imagen SEM de las FeNPs sintetizadas a 290x b) Imagen de la zona 1 tomada a 1600x c) Imagen de la zona 2 tomada a 2900x

Se analizó un punto de la zona 2 (Figura 3.3 a) en el cual se distingue claramente la estructura de cadena o hebra que adquieren las FeNPs al agregarse (hecho que se percibe con facilidad en la Figura 3.3 c). Este tipo de agregación se produce debido a las propiedades magnéticas y fuerzas de Van der Waals de las nanopartículas [51].

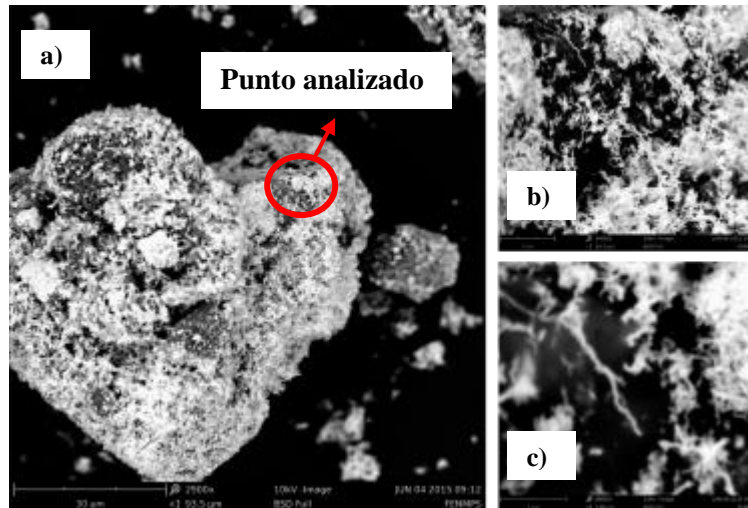


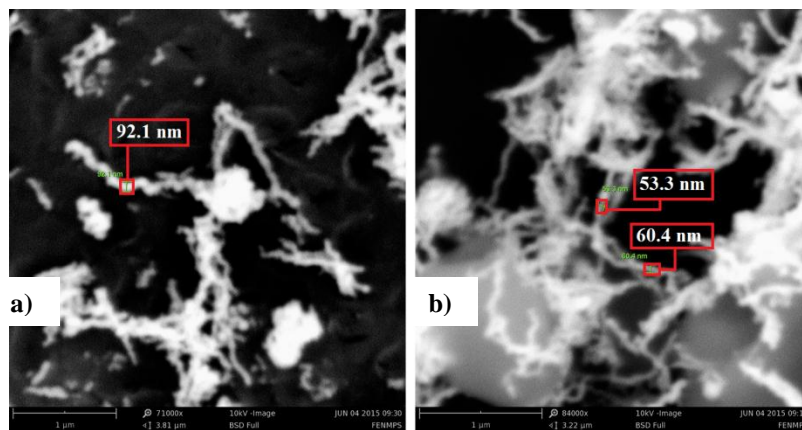
Figura 3.3. a) Imagen SEM de las FeNPs a 2900x b) 19.000x c) 68.000x

Esta agregación es un comportamiento característico de las nanopartículas de hierro cerovalentes; sin embargo, en ocasiones puede llegar a limitar la movilidad y reactividad de las mismas por lo que existen técnicas para disgregar, dispersar y estabilizar las FeNPs.

Si se desea agregar un estabilizante a las nanopartículas, éstas se pueden recubrir con una capa de un polímero que cree una barrera para contrarrestar las Fuerzas de Van der Waals e impida que las partículas se agreguen, produciendo lo que se conoce como estabilización estérica. Tiraferri *et al* [52] propusieron trabajar con goma guar, un polímero de origen natural obtenido de las semillas de la *Cyamopsis tetragonoloba* o también llamada guar, como alternativa “verde” y de bajo costo, polímero con el cual se obtuvo una buena estabilización, bajo tamaño de partícula y agregación reducida de las FeNPs.

Cuando a las nanopartículas de hierro cerovalentes se las utiliza como remediadores ambientales no es necesario su recubrimiento, ya que podría interferir con la remoción.

Las imágenes SEM mostradas en la Figura 3.4, no muestran un amplio grado de detalle de las nanopartículas agregadas, por lo que no fue posible determinar exactamente el tamaño de los núcleos de FeNPs, pero si se estimó que las nanopartículas formaron agregados de tipo hebra o cadena y tuvieron tamaños entre 53.3 y 92.1 nm. Cabe recordar que una cadena está constituida por “n” unidades de nanopartículas.



4. a) Imagen SEM del las FeNPs a 71.000x b) 84.000x

La Figura 3.5 muestra la vista panorámica de las FeNPs (a) y del complejo formado por las FeNPs y los colorantes (3.5 b-e). Las imágenes muestran diferencias entre el tipo de agregación que tienen las nanopartículas solas y las nanopartículas-colorante. Es claramente visible como en el complejo FeNPs-colorante no se distinguen las formaciones de cadena o hebra que se producen cuando las nanopartículas se agregan, fenómeno que puede deberse a que las nanopartículas se adhieren a la superficie del colorante.

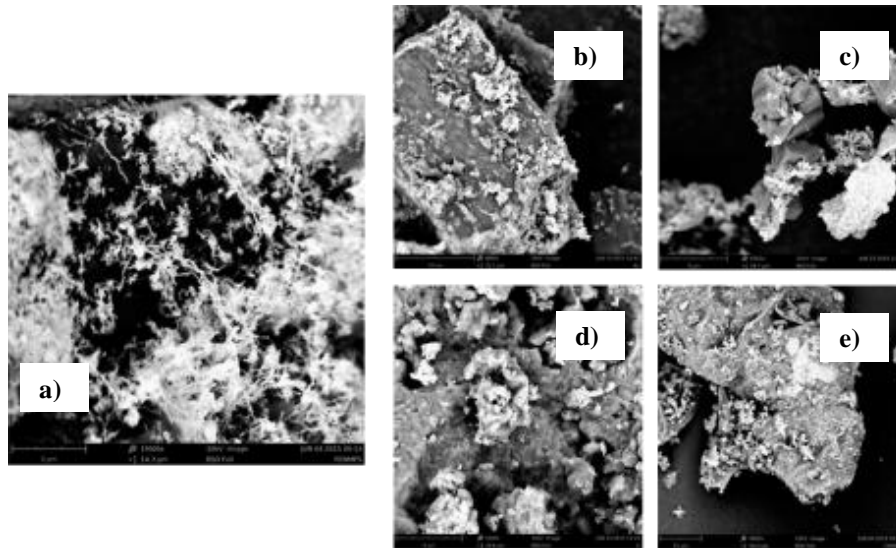


Figura 3.5. a) Imagen SEM de las FeNPs 19.000 b) FeNPs-amarillo titán 8600x c) FeNPs-rojo congo a 9.100x d) FeNPs-tartrazina a 9.100x e) FeNPs-violeta de metilo a 7.600x

El análisis elemental de las nanopartículas se realizó utilizando el microscopio SEM con detector de rayos X. En la Figura 3.6 se muestra el espectro EDX de las FeNPs y en la Tabla 3.2 se indica el porcentaje de cada elemento químico presente en la muestra.

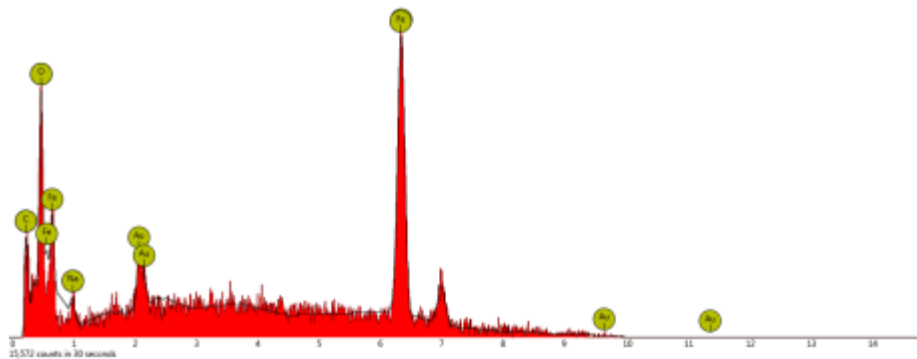


Figura 3.6. Espectro EDX de las nanopartículas de hierro cerivalentes

Tabla 3.2. Análisis elemental de las FeNPs

Símbolo	Nombre	Porcentaje
Fe	Hierro	86,2 %
O	Oxígeno	6,1 %
Au	Oro	6,2 %
C	Carbono	0,5 %
Na	Sodio	1,0 %

Como se puede comprobar en el análisis elemental, el hierro es el elemento químico que se encuentra en mayor proporción en la muestra, lo que indica que las nanopartículas sintetizadas son realmente FeNPs y que la síntesis fue exitosa. El contenido de oro corresponde al proceso de metalizado realizado antes de la lectura de la muestra. El carbono se encuentra presente en el análisis debido a que la muestra fue colocada en portamuestras con adhesivos de este material. Por último, la presencia de sodio puede deberse a que el proceso de lavado no eliminó por completo la presencia del agente reductor (NaBH_4) o a residuos provenientes del material de vidrio (borosilicato de sodio) con los que la muestra estuvo en contacto.

3.3. ANÁLISIS DE LAS NANOPARTÍCULAS POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJOS FT-IR

El espectro IR de las nanopartículas de hierro cerovalentes sintetizadas se puede observar en la Figura 3.7. El pico característico de este tipo de nanopartículas se encuentra bajo 600 cm^{-1} , en este caso se aprecia a $535,96 \text{ cm}^{-1}$, y que corresponde al enlace de estiramiento Fe-O de los óxidos de hierro que se encuentran en la coraza de las nanopartículas de hierro cerovalentes.

El espectro IR obtenido sirve como base para la comparación de los espectros de los colorantes sintéticos posterior al proceso de la remoción. Se confirma que la síntesis de las nanopartículas fue adecuada al comparar el espectro FT-IR obtenido en este estudio con el espectro obtenido por Lin, Y *et al* [53].

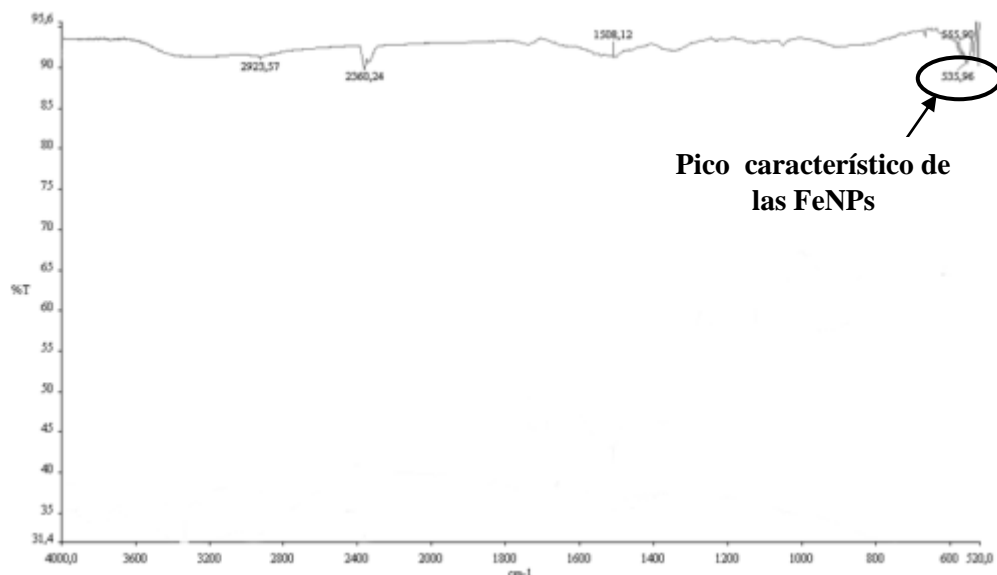


Figura 3.7. Espectro IR de las nanopartículas de hierro cerovalentes

3.4. REMOCIÓN DE COLORANTES: ANÁLISIS Y CARACTERIZACIÓN

3.4.1. DETERMINACIÓN DE LAS LONGITUDES DE ONDA MÁXIMAS DE CADA COLORANTE

En la Figura 3.8 se muestran los espectros UV-Vis de los cuatro colorantes analizados con su longitud de onda máxima.

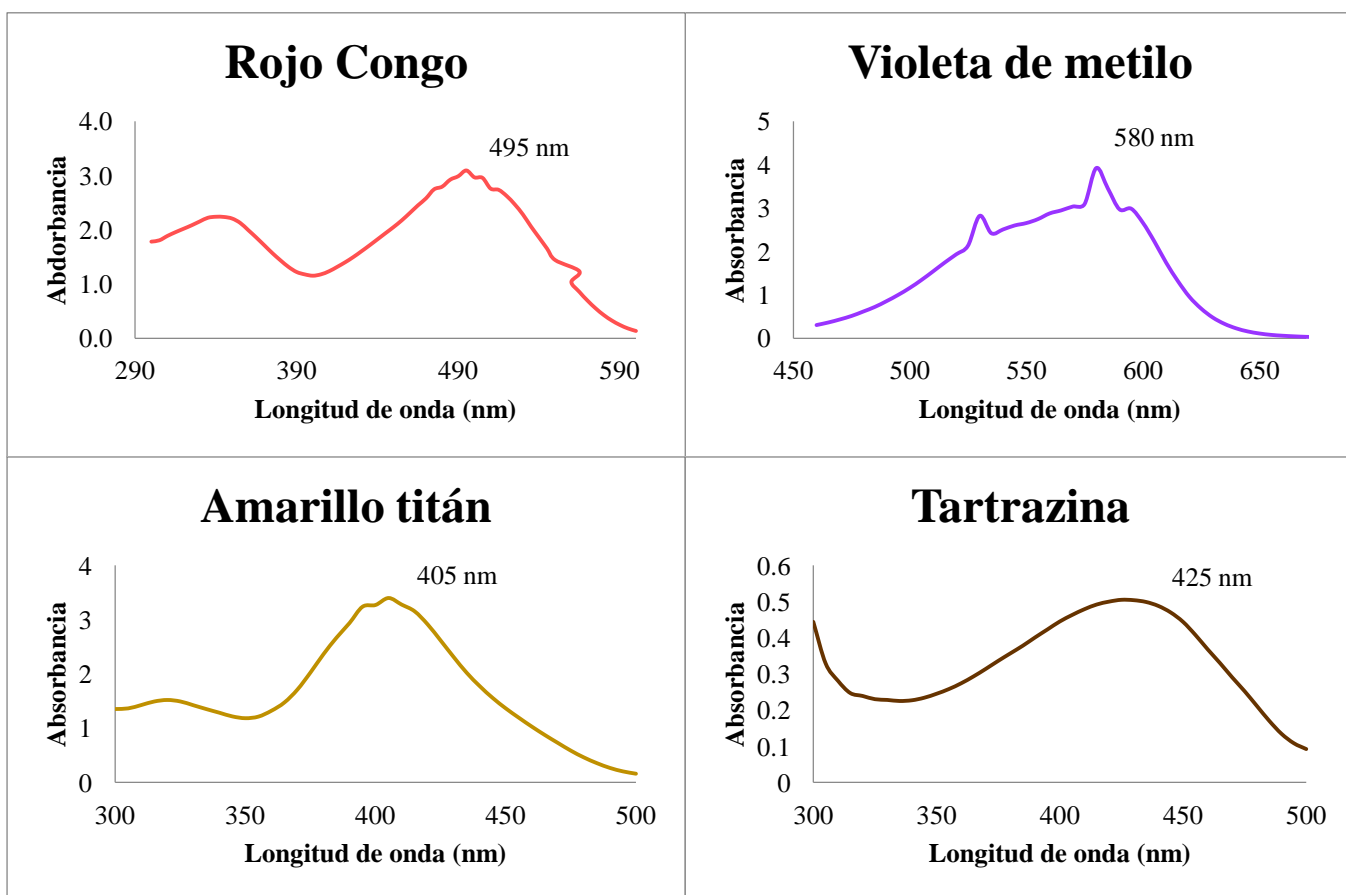


Figura 3.8. Espectros UV-vis de los colorantes rojo congo, violeta de metilo, amarillo titán y tartrazina.

En la Tabla 3.3 se especifican los puntos máximos de los colorantes utilizados en comparación con los datos teóricos reportados en el libro “Handbook of Acid-Base Indicators” [24]. Para la tartrazina, el valor de longitud de onda máxima se comparó con el estudio de Maslowska y Janiak [54].

Tabla 3.3. Longitud de onda máxima de los colorantes utilizados

Colorante	λ máxima experimental (nm)	λ máxima teórica (nm)	Absorbancia
Rojo congo	495	497	3,096
Violeta de metilo	580	590	3,923
Amarillo titán	405	402	3,398
Tartrazina	425	430	0,505

Como se puede apreciar, la longitud de onda máxima de cada colorante concuerda con los datos teóricos esperados.

3.4.2. EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO Y LA CONCENTRACIÓN DE FeNPs EN LA REMOCIÓN DE LOS COLORANTES

Para evaluar el efecto de la concentración de FeNPs en la remoción de colorantes, se consideraron concentraciones de nanopartículas de 25, 50, 100, 150 y 200 g/L respectivamente. Para analizar el efecto del tiempo de contacto se analizó la remoción a 10, 20 y 30 minutos. Los resultados del análisis se calcularon empleando la ecuación de la recta obtenida de la curva de calibración para cada colorante que se muestra en el Anexo 1.

En la Tabla 3.4 se reportan únicamente valores promedios de los resultados para el rojo congo. Los resultados generales de las 10 repeticiones realizadas con cada colorante se reportan en el Anexo 2. Como se puede observar en el cuadro remarcado, la menor concentración residual de colorante se da al usar 200 g/L de FeNPs con un tiempo de contacto de 30 minutos.

Tabla 3.4. Promedio de los resultados de la remoción del rojo congo usando FeNPs

Rojo Congo									
<i>25 g/L FeNPs</i>		<i>50 g/L FeNPs</i>		<i>100 g/L FeNPs</i>		<i>150 g/L FeNPs</i>		<i>200 g/L FeNPs</i>	
<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>
0	75	0	75	0	75	0	75	0	75
10	41,74	10	33,44	10	27,81	10	21,82	10	15,85
20	30,68	20	22,42	20	16,91	20	12,98	20	8,61
30	20,99	30	16,33	30	13,05	30	9,26	30	5,59

*Concentración residual del colorante en el agua extrapolada en la curva de calibración

La Figura 3.9 muestra el efecto de la concentración de FeNPs sobre la remoción del colorante. La eficiencia de la remoción de colorantes se calculó empleando la ecuación (2.2) y los resultados se encuentran en la Figura 3.10. Analizando la gráfica, se puede observar como la concentración residual de rojo congo decrece a medida que el tiempo de contacto y la concentración de nanopartículas cerivalentes aumentan. A los 30 minutos y usando una concentración de 200 g/L de FeNPs, la eficiencia de la remoción fue máxima, con un valor de 92,5%.

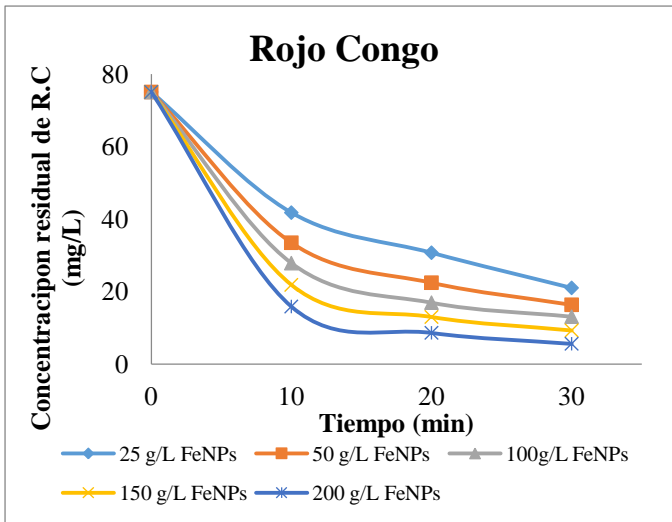


Figura 3.9. Efecto de la concentración de FeNPs sobre la remoción del rojo congo

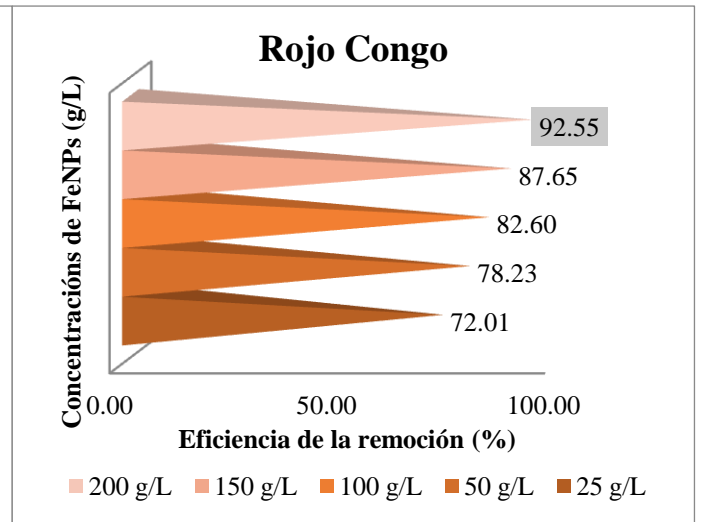


Figura 3.10. Eficiencia de la remoción para el rojo congo

Se comparó la tendencia de remoción del rojo congo en agua con los resultados de la investigación de Shih y Tso [55]. En el estudio citado, las concentraciones de nanopartículas de hierro cerivalentes utilizadas en la remoción fueron diferentes (1, 2, 3, 4 y 5 g/L); sin embargo, se comprobó que al aumentar la concentración de FeNPs la remoción de colorantes fue mayor, teniendo una eficiencia máxima de 60 % al usar 5 g/L de nanopartículas. El efecto del tiempo de contacto sobre la remoción no fue analizado por lo que no se pudieron realizar comparaciones.

En la Tabla 3.5 se reportan los promedios de los resultados para el amarillo titán. La menor concentración residual de colorante se da al emplear 200 g/L de FeNPs con 30 minutos de tiempo de contacto.

Tabla 3.5. Promedio de los resultados de la remoción del amarillo titán

Amarillo Titán									
25 g/L FeNPs		50 g/L FeNPs		100 g/L FeNPs		150 g/L FeNPs		200 g/L FeNPs	
Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)
0	75	0	75	0	75	0	75	0	75
10	44,61	10	36,72	10	30,81	10	26,55	10	21,26
20	34,89	20	29,64	20	24,78	20	20,32	20	15,45
30	30,24	30	25,71	30	18,28	30	15,05	30	10,53

*Concentración residual del colorante en el agua extrapolada en la curva de calibración

La mayor eficiencia al utilizar la concentración máxima de nanopartículas fue de 85.96 %. En las Figuras 3.11 y 3.12 se comprueba la disminución de la concentración de colorante a medida que aumenta la concentración de nanopartículas y el tiempo de contacto.

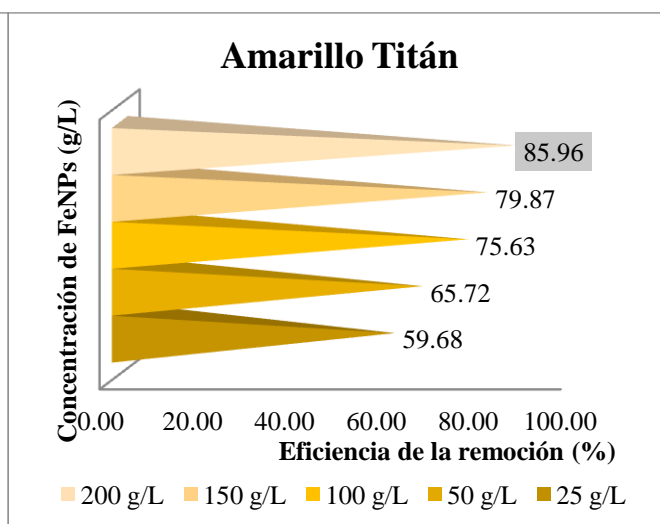
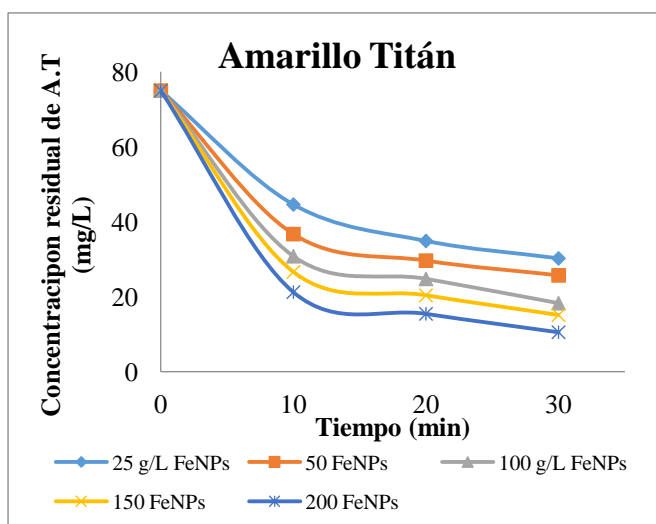


Figura 3.11. Efecto de la concentración de FeNPs sobre la remoción del amarillo titán

Figura 3.12. Eficiencia de la remoción para el amarillo titán

En la Tabla 3.6 se muestran los valores promedio de la remoción de la tartrazina del agua.

Empleando 200 g/L y con un tiempo de contacto de 30 minutos se obtuvo la menor concentración residual de colorante.

Tabla 3.6. Promedio de los resultados de la remoción de la tartrazina

Tartrazina									
25 g/L FeNPs		50 g/L FeNPs		100 g/L FeNPs		150 g/L FeNPs		200 g/L FeNPs	
Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)
0	75	0	75	0	75	0	75	0	75
10	48,65	10	44,09	10	38,64	10	30,66	10	24,34
20	37,96	20	33,92	20	27,78	20	23,42	20	18,73
30	33,5	30	27,99	30	21,86	30	17,51	30	12,54

*Concentración residual del colorante en el agua extrapolada en la curva de calibración

Como se puede observar en las Figuras 3.13 y 3.14, utilizando una mayor concentración de nanopartículas y con un tiempo de contacto de 30 minutos, la concentración residual de la tartrazina decrece, aumentando la eficiencia de la remoción. Empleando una concentración de 200 g/L se tuvo una eficiencia máxima de 83,28%.

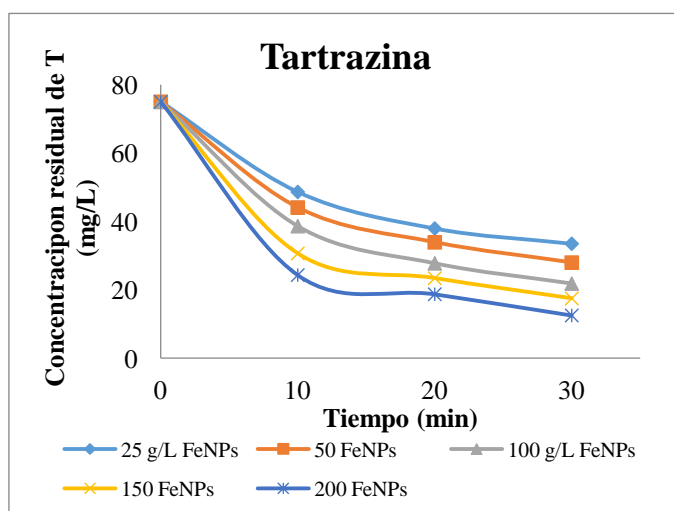


Figura 3.13. Efecto de la concentración de FeNPs sobre la remoción de la tartrazina

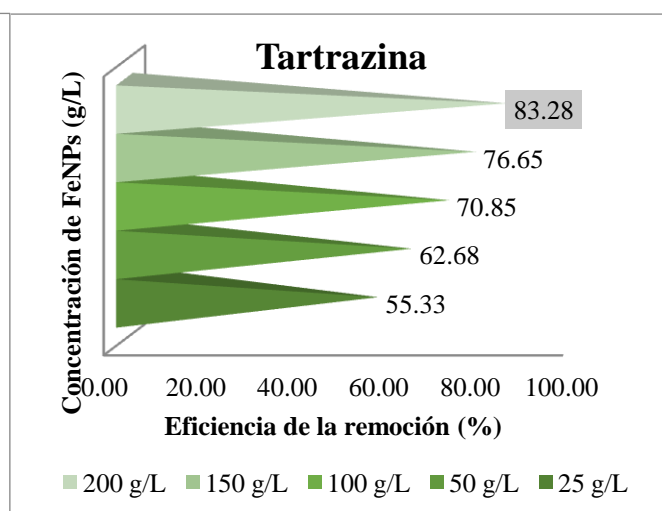


Figura 3.14. Eficiencia de la remoción para la tartrazina

No fue posible comparar los resultados de la remoción de la tartrazina y amarillo titán porque no se encontraron estudios de la remoción de tartrazina y amarillo titán específicamente, pero se encontró un estudio realizado por Fan *et al* [51] en donde se utilizó un colorante perteneciente a la familia Azo: naranja de metilo. Las condiciones a las que se realizó esta investigación fueron diferentes a las empleadas en este trabajo; el tiempo de contacto considerado fue de 60 minutos (tiempo de contacto máximo analizado) y la concentración de nanopartículas utilizada fue menor (la concentración máxima de nanopartículas analizada fue de 0,5 g/L). A pesar de esto, las conclusiones obtenidas en ambos estudios son similares: la mayor remoción de colorante se consiguió al utilizar la concentración máxima de FeNPs y el mayor tiempo de contacto.

En la Tabla 3.7 se reportan los valores promedio de la remoción del violeta de metilo del agua. La menor concentración residual de colorante se logró al utilizar 200 g/L de FeNPs y un tiempo de contacto de 30 minutos.

Tabla 3.6. Promedio de los resultados de la remoción del violeta de metilo

Violeta de metilo									
<i>25 g/L FeNPs</i>		<i>50 g/L FeNPs</i>		<i>100 g/L FeNPs</i>		<i>150 g/L FeNPs</i>		<i>200 g/L FeNPs</i>	
<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>
0	25	0	25	0	25	0	25	0	25
10	13,31	10	7,29	10	4,5	10	3,46	10	2,9
20	11,06	20	4,34	20	3,48	20	2,5	20	1,88
30	4,36	30	3,4	30	2,53	30	1,69	30	1,01

*Concentración residual del colorante en el agua extrapolada en la curva de calibración

Se observa en las Figuras 3.15 y 3.1 que a los 30 minutos, y con una concentración de 200 g/L de FeNPs, la remoción de colorantes en agua fue mayor, teniendo una eficiencia de remoción del 95,96 %.

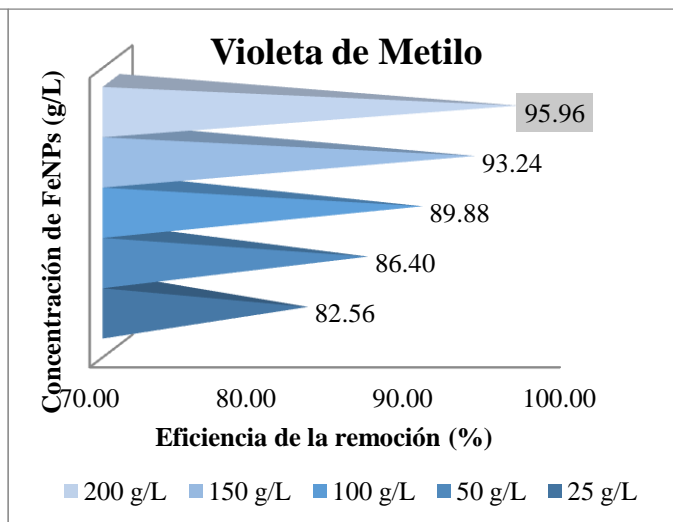
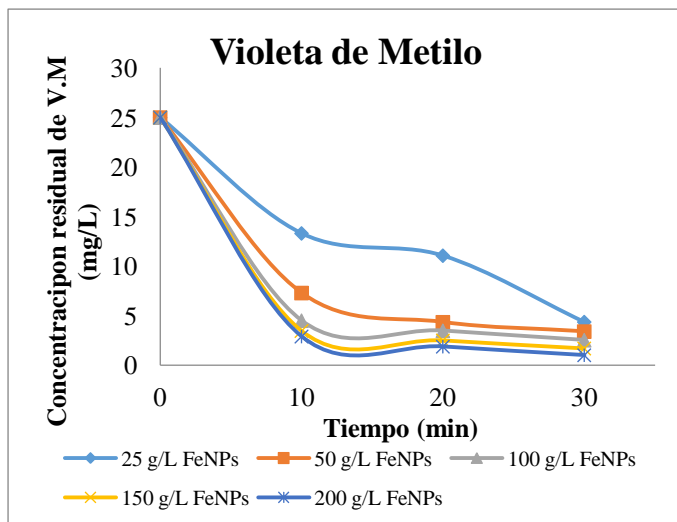


Figura 3.15. Efecto de la concentración de FeNPs sobre la remoción del violeta de metilo

Figura 3.16. Eficiencia de la remoción para el violeta de metilo

Para el violeta de metilo no se encontraron estudios similares por lo que no se realizó ninguna comparación de la eficiencia de la remoción.

En resumen, la mayor eficiencia de remoción se tuvo al utilizar la mayor concentración de nanopartículas (200 g/L) y el mayor tiempo de contacto (30 minutos). Esto ocurre porque al aumentar la cantidad de nanopartículas, la superficie de contacto es mayor, lo que permite que exista una mayor interacción con los colorantes en agua.

En todos los casos, la remoción fue muy rápida durante los primeros minutos, para luego reducir su velocidad. Esto puede deberse a que en un principio, las moléculas de colorante se acoplaron fácilmente a la superficie de las nanopartículas, lo que provoca una rápida degradación del colorante; sin embargo, a medida que la reacción avanza, la superficie de las nanopartículas se comienza a saturar ocasionando que el colorante se degrade de forma más lenta.

3.4.3. EFECTO DEL pH EN LA REMOCIÓN DE LOS COLORANTES EN AGUA

Para analizar el efecto del pH en la remoción de los colorantes en agua se utilizaron 200 g/L de FeNPs como la cantidad óptima de nanopartículas, descrita en los resultados anteriores. El tiempo de contacto que se analizó fue de 10, 20 y 30 minutos, y los diferentes pH analizados fueron: 3, 5, 7, 9 y 11 respectivamente, independiente del rango de pH al que actúa cada colorante, pues el objetivo de este estudio es la remoción de la tinción total producida en el agua.

En la Tabla 3.8 se muestran los resultados promedio del efecto del pH en la remoción del rojo congo del agua. A pH 3 y con un tiempo de 30 minutos se observa la menor concentración residual de colorante.

Tabla 3.8. Resultados promedio del efecto del pH en la remoción del rojo congo

Rojo Congo									
pH 3		pH 5		pH 7		pH 9		pH 11	
Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)
0	75	0	75	0	75	0	75	0	75
10	11,75	10	14,16	10	16,43	10	30,77	10	50,50
20	5,20	20	7,34	20	9,35	20	25,32	20	20,49
30	2,39	30	4,15	30	6,51	30	18,64	30	31,39

*Concentración residual del colorante en el agua

La Figura 3.17 muestra el efecto del pH sobre la remoción del rojo congo. Como se puede observar, la remoción fue mayor al utilizar valores de pH ácidos y neutros. Se registró una eficiencia máxima de remoción del 96,91 % al trabajar con pH 3 y con un tiempo de contacto de 30 minutos.

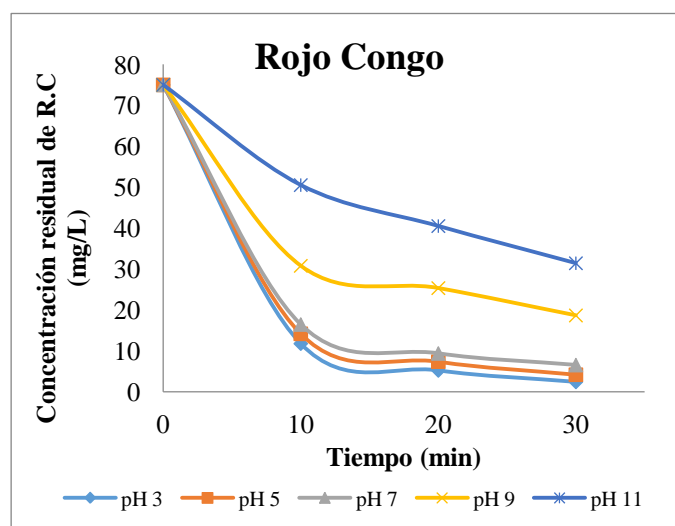


Figura 3.17. Efecto del pH sobre la remoción del rojo congo

La Tabla 3.9 indica los datos promedio del efecto que tiene el pH en la remoción del amarillo titán del agua. La menor concentración residual del colorante se obtuvo empleando pH 3 y 30 minutos de tiempo de contacto.

Tabla 3.9. Resultados promedio del efecto del pH en la remoción del amarillo titán

Amarillo Titán									
pH 3		pH 5		pH 7		pH 9		pH 11	
Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)
0	75	0	75	0	75	0	75	0	75
10	18,21	10	20,55	10	23,25	10	41,71	10	51,58
20	9,81	20	12,98	20	16,61	20	36,57	20	42,39
30	5,58	30	9,32	30	11,23	30	27,12	30	34,45

*Concentración residual del colorante en el agua

Analizando el gráfico, se puede observar que a pH ácido, la remoción presentó altos valores de eficiencia, siendo 92,55 % el valor de eficiencia máximo al trabajar con pH 3 y tiempo de contacto de 30 minutos.

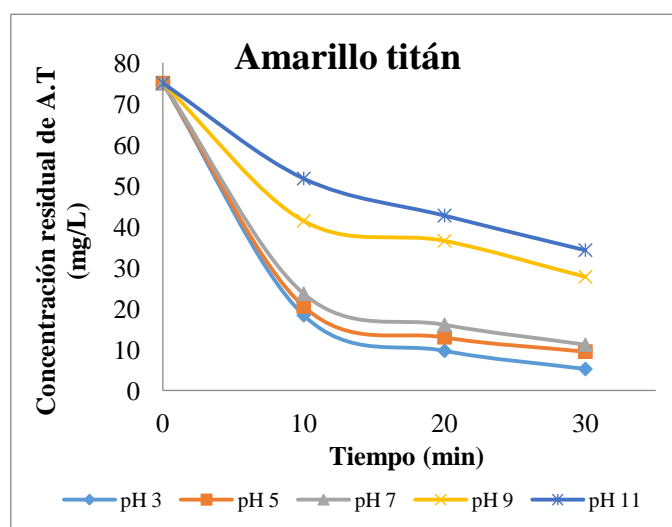


Figura 3.18. Efecto del pH sobre la remoción del amarillo titán

En la Tabla 3.10 se reportan los resultados promedio de la remoción de la tartrazina del agua. Utilizando pH 3 y un tiempo de contacto de 30 minutos se consiguió la menor concentración residual de tartrazina.

Tabla 3.10. Resultados promedio del efecto del pH en la remoción de la tartrazina

Tartrazina									
pH 3		pH 5		pH 7		pH 9		pH 11	
Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)	Tiempo (min)	C.R* (mg/L)
0	75	0	75	0	75	0	75	0	75
10	17,26	10	19,47	10	26,37	10	36,51	10	45,67
20	11,52	20	13,49	20	20,31	20	29,18	20	38,48
30	7,9	30	10,40	30	13,47	30	23,53	30	33,34

*Concentración residual del colorante en el agua

La Figura 3.19 muestra el efecto que tiene el pH sobre la remoción de la tartrazina del agua. Como se puede observar en el gráfico, a pH 3 se registró el valor de eficiencia máxima del 90,01 %.

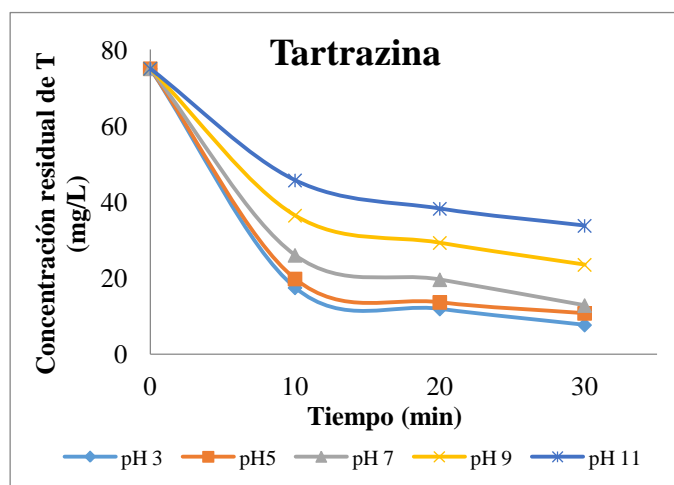


Figura 3.19. Efecto del pH sobre la remoción de la tartrazina

La Tabla 3.11 presenta los datos promedios del efecto del pH sobre la remoción del violeta de metilo del agua. La menor concentración residual de colorante se obtuvo a pH 3 y tiempo de contacto de 30 minutos.

Tabla 3.11. Resultados promedio del efecto del pH en la remoción de violeta de metilo

Violeta de metilo									
<i>pH 3</i>		<i>pH 5</i>		<i>pH 7</i>		<i>pH 9</i>		<i>pH 11</i>	
<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>C.R* (mg/L)</i>
0	25	0	25	0	25	0	25	0	25
10	2,11	10	3,96	10	6,28	10	11,95	10	17,13
20	1,13	20	2,36	20	4,42	20	9,22	20	13,57
30	0,32	30	0,79	30	1,05	30	7,06	30	10,23

*Concentración residual del colorante en el agua

Como se puede observar en las Figuras 3.20 y 3.21, la remoción del violeta de metilo del agua usando FeNPs tuvo mejores resultados al trabajar con pH ácido. A pH 3, y considerando un tiempo de contacto de 30 minutos, la remoción del colorante fue mayor, teniendo una eficiencia de remoción de 98,71 %.

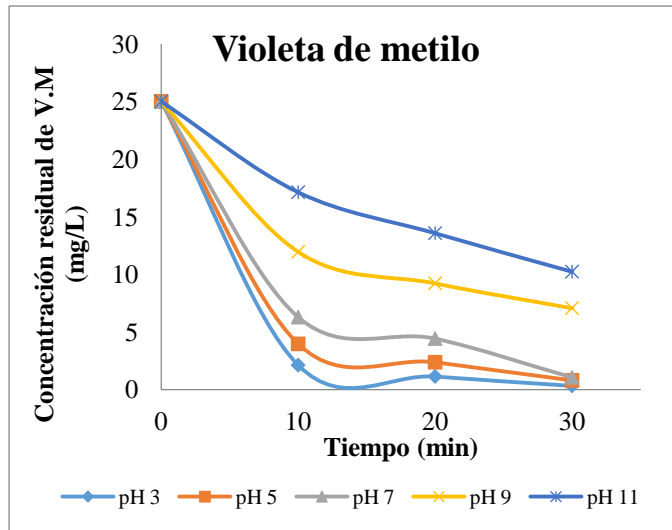


Figura 3.20. Efecto del pH sobre la remoción del violeta de metilo

En resumen, para todos los colorantes, la remoción fue mayor al trabajar con pH ácido (pH 3) y un tiempo de contacto de 30 minutos.

Respecto al porcentaje de remoción, se comparó el trabajo realizado por Fan *et al* [51], donde se removió naranja de metilo del agua usando nanopartículas de hierro cerovalentes. Las conclusiones a las que se llegó en ambas investigaciones son similares: la remoción del colorante aumentó al trabajar con pH ácido y neutro, mientras que a pH básico la remoción de colorante disminuyó. En el estudio se utilizó un tiempo de contacto de 60 minutos lo que permitió obtener un porcentaje de remoción del colorante del 90 %, incluso al utilizar pH básico. Por esta razón, los investigadores consideran que el pH no tiene un efecto considerable en la remoción; sin embargo, el uso de pH ácido favorece la remoción y reduce el tiempo de reacción, lo que puede ser una ventaja pues se disminuiría los gastos del proceso.

En el estudio realizado, sólo se analizó la remoción de colorantes de soluciones preparadas con concentraciones fijas de colorante de 75 ppm (rojo congo, amarillo titán y tartrazina) y 25 ppm (violeta de metilo). Todos los resultados obtenidos en este estudio indican que es posible eliminar colorantes sintéticos utilizando las nanopartículas de hierro cerovalentes, por lo que sería interesante analizar muestras provenientes de industrias textiles para determinar la cantidad de colorante que se puede remover utilizando los valores de concentración de FeNPs y tiempo de contacto establecidos como óptimos. El pH de las aguas residuales de industrias textiles suele ser alto debido a los compuestos alcalinos que se usan en el proceso textil, por lo que sería recomendable acidificar el medio para conseguir mejores resultados.

3.5. CARACTERIZACIÓN DEL RESIDUO SÓLIDO OBTENIDO LUEGO DE LA REMOCIÓN DE COLORANTES

La remoción de los colorantes en agua usando FeNPs se evidencia por la decoloración de la solución inicial de colorante debido al rompimiento del grupo cromóforo en la molécula del mismo.

Para determinar el acoplamiento de las nanopartículas con el colorante, se realizó la caracterización por FT-IR del residuo sólido para verificar la modificación del grupo cromóforo en la estructura de las moléculas orgánicas. Para ello, se obtuvieron los espectros de los colorantes puros y los del residuo FeNPs-colorante.

La Figura 3.21 corresponde a la comparación realizada entre el espectro del rojo congo puro y del residuo FeNPs-rojo congo. El espectro del rojo congo puro (3.21a) muestra el pico representativo del enlace azo $N=N$ a los $1582,94\text{ cm}^{-1}$. Bandas entre los 1400 a 1600 cm^{-1} corresponden a los enlaces $C=C$ de los anillos aromáticos del compuesto. Las vibraciones de estiramiento $S=O$ del ácido sulfónico se observan a los $1061,81\text{ cm}^{-1}$. Al compararlo con el espectro del complejo FeNPs-rojo congo (3.21b) se puede evidenciar que la estructura del colorante se modificó considerablemente. El pico del hierro a los 500 cm^{-1} está presente indicando no se ha perdido el tamaño nanométrico de la nanopartícula.

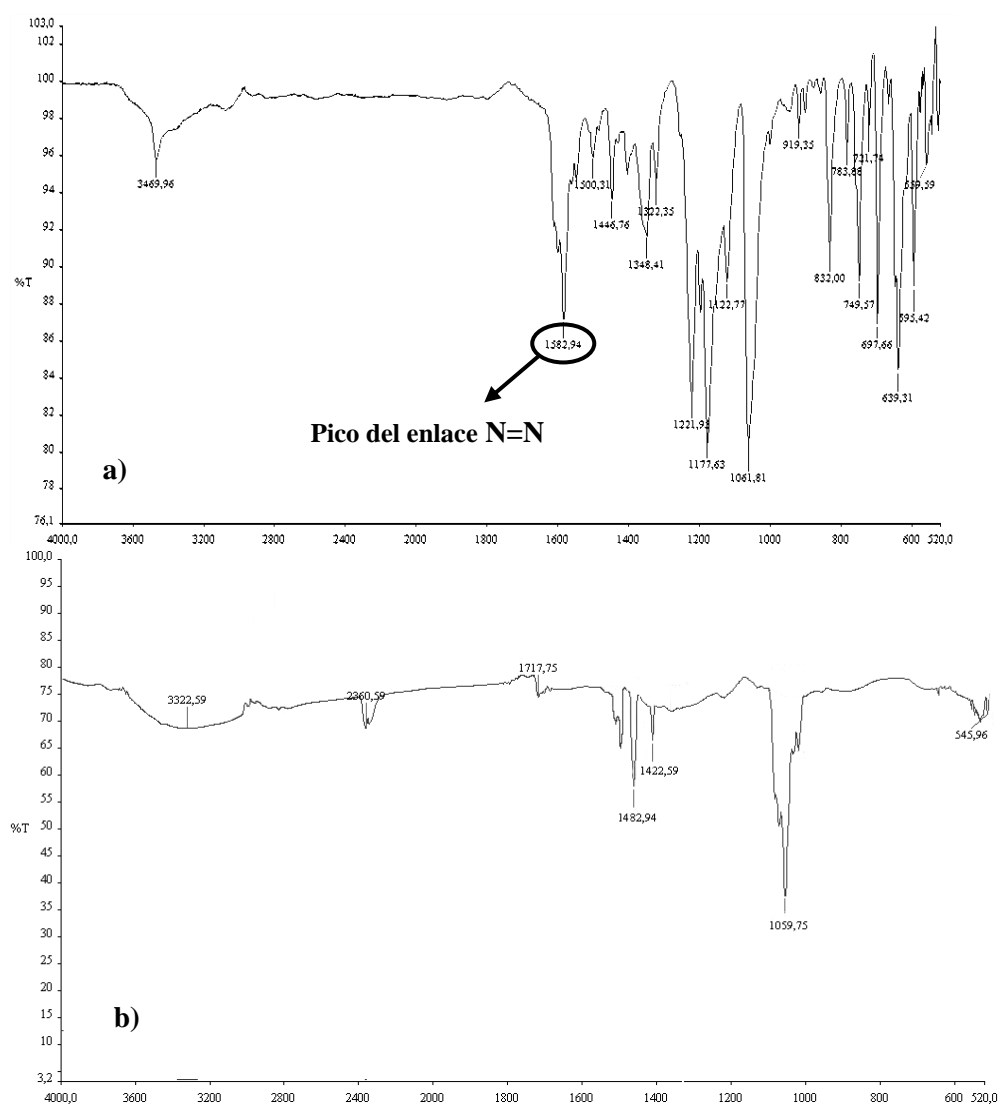


Figura 3.21. Espectros IR de a) rojo congo puro y b) FeNPs-rojo congo

El espectro IR del amarillo titán (Figura 3.22 a) presenta el pico perteneciente al enlace N=N a los $1580,50\text{ cm}^{-1}$. De 1400 a 1600 cm^{-1} se encuentran las bandas de los enlaces C=C de los anillos bencénicos. El pico perteneciente al ácido sulfónico se presenta a $1042,30\text{ cm}^{-1}$. En el espectro obtenido del residuo de las FeNPs-colorante (3.22 b) se puede apreciar que el pico del enlace N=N desapareció, lo que indica el acoplamiento entre las nanopartículas y el colorante.

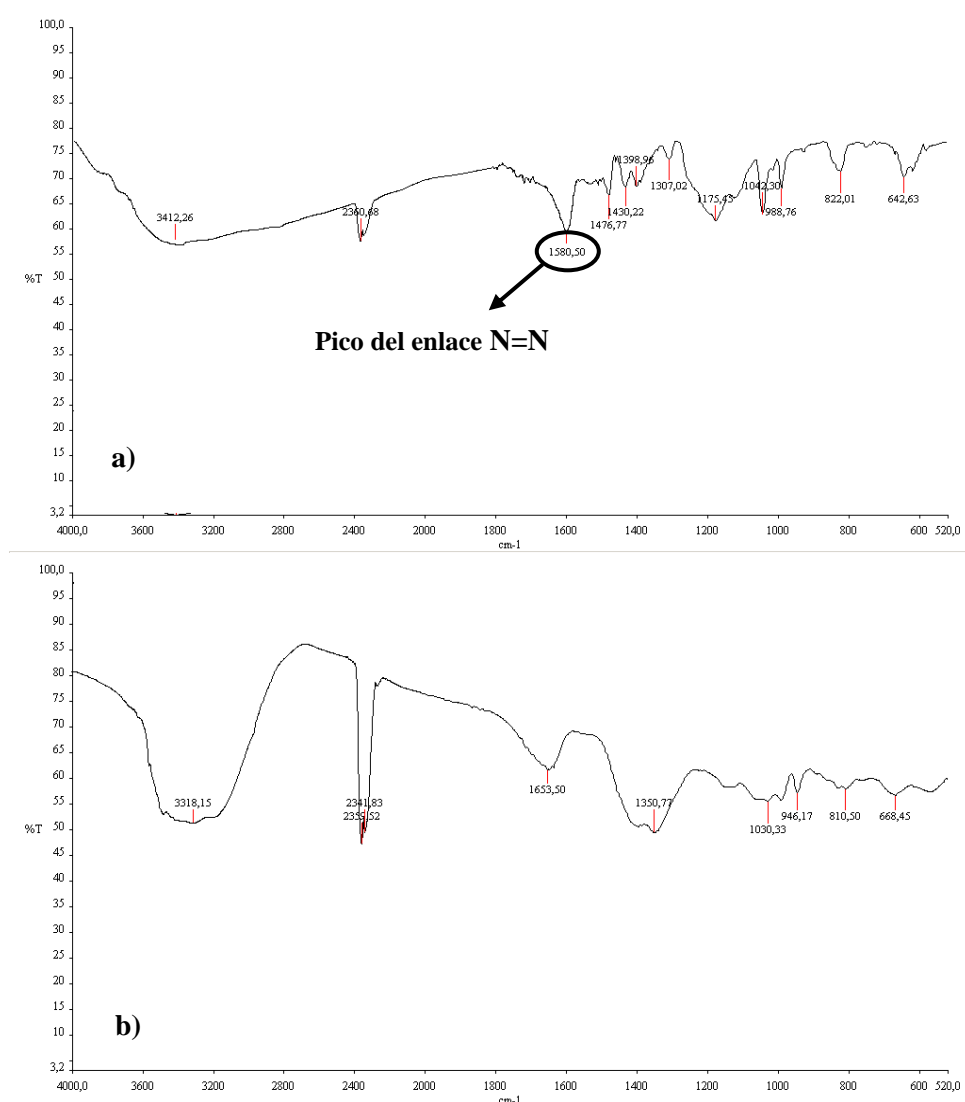


Figura 3.22. Espectros IR de a) amarillo titán puro y b) FeNPs- amarillo titán

En el espectro IR del violeta de metilo puro (Figura 3.23 a) se observa el pico característico de las vibraciones de estiramiento N-H de las aminas secundarias a los $3211,00\text{ cm}^{-1}$. El pico de las vibraciones de flexión del enlace N-H de las aminas secundarias se observa a $1576,77\text{ cm}^{-1}$. Las vibraciones de los enlaces C=C del anillo bencénico se ubican entre los $1400\text{ a }1600\text{ cm}^{-1}$, mientras que el pico del enlace C-N aparece a los $1352,13\text{ cm}^{-1}$. Si se compara con el espectro del residuo FeNPs-violeta de metilo (Figura 3.23 b) se puede ver claramente que la estructura del colorante se acopló, pues los picos característicos del compuesto puro, como las aminas, no aparecen en el espectro.

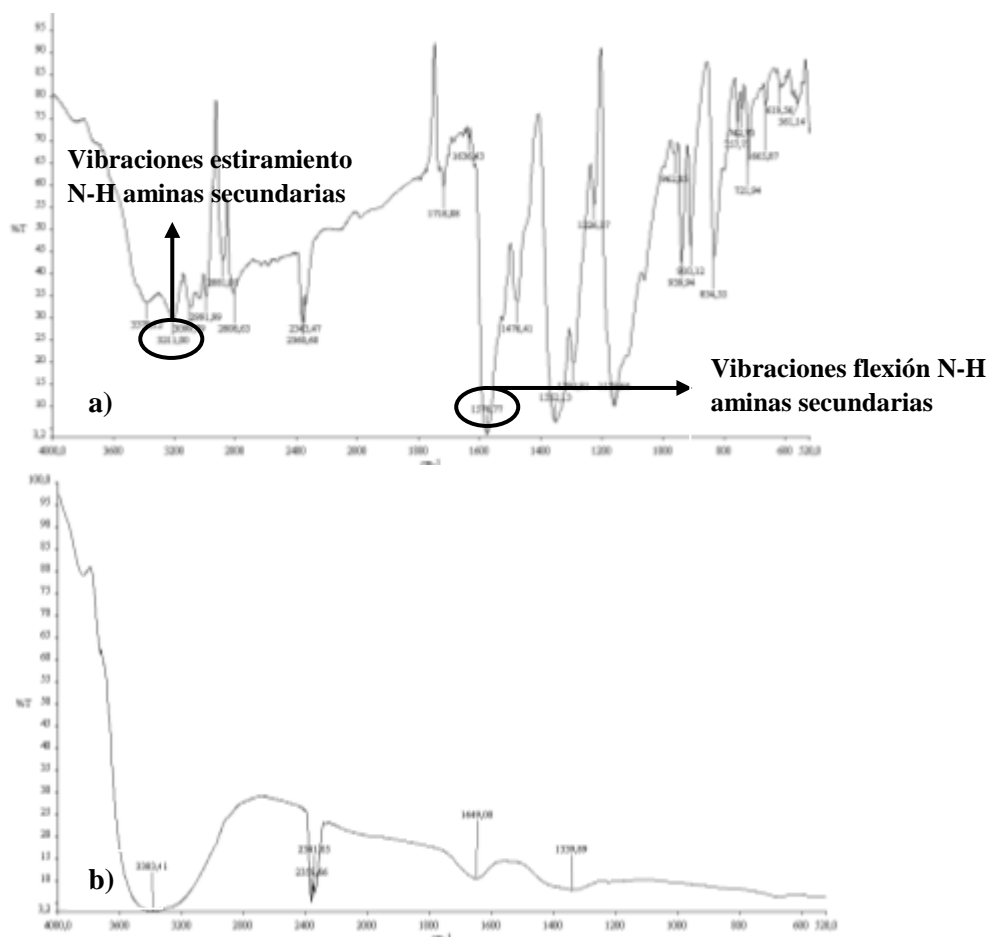


Figura 3.22. Espectros IR de a) violeta de metilo puro y b) FeNPs- violeta de metilo

El espectro IR de tartrazina pura (Figura 3.24 a) presenta el pico característico del grupo azo (N=N) a los $1573,63 \text{ cm}^{-1}$. Las vibraciones de estiramiento del enlace –OH presenta un pico que se ubica entre los $3200 \text{ a } 3600 \text{ cm}^{-1}$, mientras que la banda del ácido sulfónico se presenta a $1060,33 \text{ cm}^{-1}$. Los picos ubicados entre los $1400 \text{ a } 1600 \text{ cm}^{-1}$ corresponden a las vibraciones entre C=C de los enlaces bencénicos. En el espectro IR del complejo FeNPs-tartrazina (3.24b) se reporta el acoplamiento de la molécula del colorante con las nanopartículas.

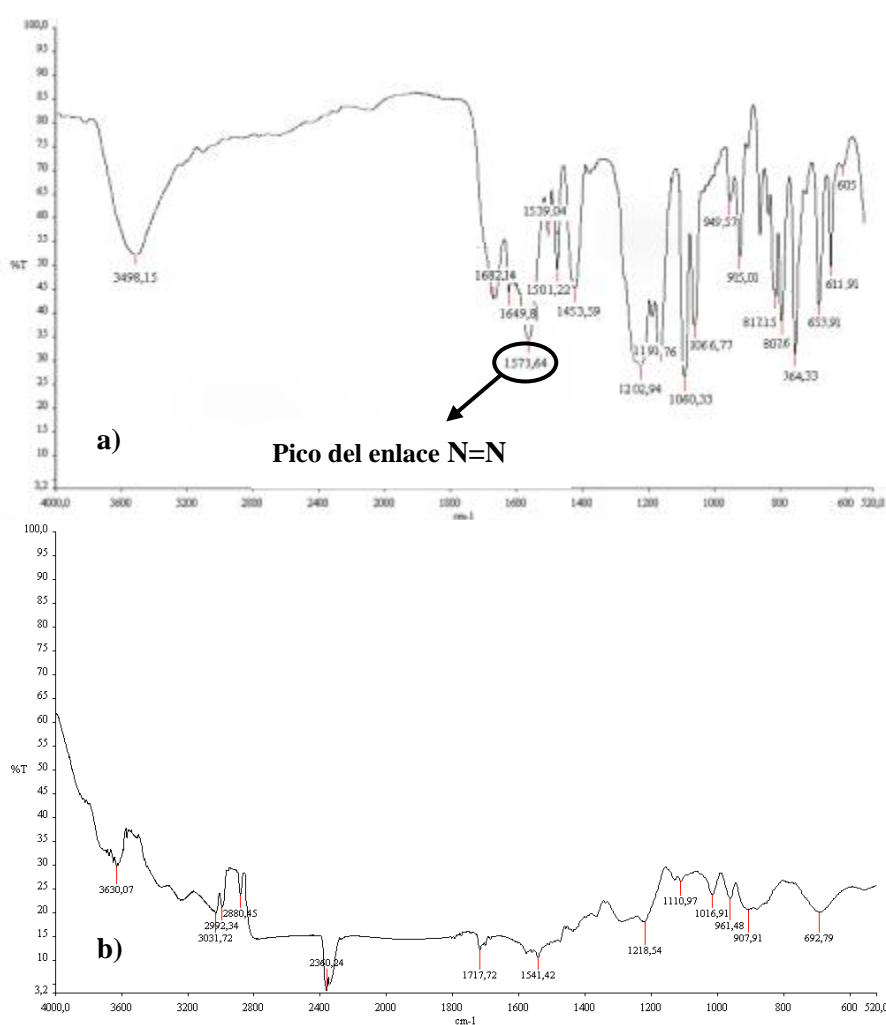


Figura 3.24. Espectros IR de a) tartrazina puro y b) tartrazina + FeNPs

No se pudieron realizar comparaciones entre los espectros obtenidos experimentalmente y los espectros de la literatura, pues no se encontraron estudios similares.

CAPÍTULO IV

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1. CONCLUSIONES

- Se sintetizaron nanopartículas de hierro cerovalentes por reducción de cloruro férrico (FeCl_3) con borohidruro de sodio (NaBH_4) con un rendimiento de reacción del 91,82%.
- El tamaño aproximado de las FeNPs agregadas en forma de hilo se encuentra entre los 53.3 y 92.1 nm. El análisis SEM-EDX confirmó la presencia de hierro en un 86.2 %.
- El análisis por Espectroscopía FT-IR indicó la presencia de material nanométrico al identificar el pico característico del enlace Fe-O a $535,96 \text{ cm}^{-1}$. Al comparar los espectros IR de los colorantes puros y de las FeNPs-colorantes, se evidenciaron cambios significativos en la estructura del compuesto inicial como producto del acoplamiento químico.
- La remoción de cada colorante se demostró físicamente por la decoloración del agua al adicionar concentraciones de 25, 50, 100, 150 y 200 g/L de nanopartículas de hierro cerovalentes. La decoloración gradual se confirmó con el análisis espectroscópico UV-Vis.
- La eficiencia de remoción de cada colorante aumentó en función de la concentración de nanopartículas y del tiempo de contacto. De este modo, la eficiencia óptima registrada para todos los colorantes, se obtuvo al emplear una

concentración de nanopartículas de 200 g/L y 30 minutos de tiempo reacción. El porcentaje de eficiencia máxima para el rojo congo fue de 95,55%, 85,96% para el amarillo titán, 83,28% para la tartrazina y 95,96% para el violeta de metilo.

- La remoción para todos los colorantes se vio favorecida al utilizar pH ácido. La mayor eficiencia se obtuvo a pH 3 mostrando eficiencias de remoción superiores al 90 %. A pH ligeramente ácido y neutro (pH 5 y 7) las eficiencias registradas fueron mayores al 80%, mientras que a pH básico (pH 9 y 11) los porcentajes de eficiencia registrados fueron considerablemente menores al resto de resultados.

4.2.RECOMENDACIONES

- Se sugiere caracterizar las nanopartículas por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) para obtener el tamaño exacto del núcleo metálico de las FeNPs que forman parte de las cadenas de nanopartículas agregadas.
- Se recomienda realizar el análisis SEM-EDX de los complejos FeNPs-colorante, debido a que por disponibilidad del tiempo no se realizó.
- Se podría aplicar este estudio con aguas residuales no sintéticas provenientes de la industria textil, para comprobar si la cantidad de nanopartículas de hierro cerovalentes y el tiempo de contacto que se definió como óptima, es suficiente para decolorar el agua.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] N. Takeuchi., (2012). *Nanociencia y Nanotecnología: La construcción de un nuevo mundo átomo por átomo*, Fondo de Cultura Económica, México, pp. 3.
- [2] Fundación Española para la Ciencia y Tecnología, (2009). *Nanociencia y Nanotecnología: Entre la ciencia ficción del presente y la tecnología del futuro*. España, pp. 21-27
- [3] Kelsall, R., Hamley, I. y Geoghegan, M., (2005). *Nanoscale Science and Technology*. John Wiley & Sons, Inglaterra, pp. 1.
- [4] Castillo, F., (2012). Introducción a los nanomateriales. http://olimpia.cuautitlan2.unam.mx/pagina_ingenieria/mecanica/mat/mat_mec/m6/Introduccion%20a%20los%20nanomateriales.pdf, 15 Septiembre 2015.
- [5] García, L., Espinoza, M., Bocarando, J. y Mendoza, O., (2003). Método de Sol-Gel para la síntesis de nanopartículas magnéticas, *Información Tecnológica*, volumen 14, pp. 120-121.
- [6] Mohanraj, V. y Chen, Y., (2006). Nanoparticles – A Review, *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, volume 5, pp. 561-563.
- [7] Menendez, A., (2011). *Una revolución en miniatura: Nanotecnología al servicio de la humanidad*, Universidad de Valencia, España, pp. 54-55.

- [8] Binns, C., (2010). *Introduction to Nanoscience and Nanotechnology*, John Wiley & Sons, New Jersey-USA, pp. 14-17.
- [9] Chamé, K., (2013). *Síntesis y Caracterización de Nanopartículas Magnéticas*. Disertación de Maestría en Ciencias Ópticas, Centro de Investigaciones en óptica, A.C, México, pp. 1-22.
- [10] Gómez, A., (2009). *Preparación de nanopartículas magnéticas uniformes y de alta cristalinidad en briomedicina*, Disertación de Doctorado en Química Física, Universidad Complutense de Madrid, España, pp. 236-239.
- [11] Jiles, D., (1998). *Introduction to magnetism and magnetic materials*, Segunda Edición, CRC Press, USA, pp. 1141-142.
- [12] Varadan, V., Pillai, S., Mukherji, D., Dwivedi, M. y Chen, L., (2010). *Nanoscience and nanotechnology in engineering*, World Scientific, Singapur, pp. 14-13.
- [13] Li, X., Elliot, D. y Zhang, W., (2006). Zero-Valent Iron Nanoparticles for Abatement of Environmental Pollutants: Materials and Engineering Aspects, *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, volume 31, pp. 111-114.
- [14] Yaacob, W., Kamaruzaman, N., y Samsudin, A., (2012). Development of nano-zero valent iron for the remediation of contaminated water, *Chemical Engineering Transactions*, volumen 28, pp. 25-26.
- [15] Sun, Y., Li, X., Cao, J., Zhang, W, y Wang, H.P., (2006). Characterization of zero-valent iron nanoparticles. *Advances in colloid and interface science*, volumen 120, pp. 48-49.

- [16] Thakare, R., Jyoti, T. y Kosankar, P., (2015). Nanoscale Zero Valent Iron supported on solid support as an advanced material for the environmental purification: A Review, *Research Journal of Chemistry and Environment*, volumen 19, pp. 78
- [17] Fulekar, M., (2010). *Nanotechnology: Importance and Applications*, I.K. International Publishing House, Nueva Delhi-India, pp. 4-7.
- [18] Cook, S. M., (2009). *Assessing the use and application of zero-valent iron nanoparticle technology for remediation at contaminated sites*, Jackson State University, pp. 24.
- [19] Gennaro, A., (2003). *Remington Farmacia*, Segunda Edición, Edición Médica Panamericana, Argentina, pp. 1181-1183.
- [20] Sharma, B., (1991). *Industrial chemistry*, GOEL Publishing House, India, pp. 1546-1549.
- [21] Plataforma E-ducative Aragonesa (2011), Espectro electromagnético:Espectro visible, http://educativa.catedu.es/44700165/aula/archivos/repositorio/3000/3233/html/21_espectro_visible.html, 2 Noviembre 2015.
- [22] Macy, R., (1976). *Química orgánica simplificada*, Editorial Reverté, España, pp. 449 - 450.
- [23] Food-Info. (2014), Azo Dyes, <http://www.food-info.net/uk/colour/azo.htm>. 2 Noviembre 2015.
- [24] Sabnis, R., (2007). *A Handbook of Acid-Base Indicators*, CRC Press, USA, pp. 89-109.
- [25] MP Biomedicals. (2014), Congo Red

<http://www.mpbio.com/product.php?pid=02105099&country=62>, 2 Noviembre 2015.

- [26] Steensma, D. P., (2006). "Congo" red: out of Africa?, *Archives of pathology & laboratory medicine*, volumen 125, pp. 251.
- [27] Santa Cruz Biotechnology. (2007), Thiazole yellow G <http://www.scbt.com/datasheet-215968.html>, 2 Noviembre 2015.
- [28] Gurr, E., (2012). *Synthetic Dyes in Biology, Medicine And Chemistry*, Elsevier, Londres, pp. 485.
- [29] Narayanan, A. L., Dhamodaran, M., Solomon, J. S., (2015). Thermodynamics and kinetics of adsorption of azo dye titan yellow from aqueous solutions on natural plant material *Saccharum spontaneum*. *Der Pharma Chemica*, volúmen 7, pp. 37.
- [30] Shibamoto, T. y Bjeldanes, L., (2009). *Introduction to Food Toxicology*, Segunda Edición, Academic Press, USA, pp. 249-250.
- [31] Sigma-Aldrich, (2014), Tatrazine, <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/t0388?lang=en®ion=EC>. 2 Noviembre 2015.
- [32] Panda, H., (2013). *A Concise Guide on Textile Dyes, Pigments and Dye Intermediates with Textile Printing Technology*, Niir Project Consultancy Services, India, pp. 166-167.
- [33] Ogugbue, C. J. y Sawidis, T., (2011). Bioremediation and detoxification of synthetic wastewater containing triarylmethane dyes by *Aeromonas hydrophila* isolated from industrial effluent, *Biotechnology research international*, pp. 1-3.

- [34] Stains file ,(2005), Methyl Violet 2B, 6B, <http://stainsfile.info/StainsFile/dyes/42535.htm>. 3 Noviembre 2015.
- [35] Santa Cruz Biotechnology. (2007), Methyl violet 2B, <http://www.scbt.com/es/datasheet-206052-methyl-violet-2b.html>, 3 Noviembre 2015.
- [36] Sigma-Aldrich. (S.A), Crystal Violet, <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/c3886?lang=en®ion=EC>, 5 Noviembre 2015.
- [37] Kant, R., (2012), Textile dyeing industry an environmental hazard. *Natural science*, volumen 4, pp. 22-24.
- [38] Banerjee, S. y Chattopadhyaya, M., (2013), Adsorption characteristics for the removal of a toxic dye, tartrazine from aqueous solutions by a low cost agricultural by-product. *Arabian Journal of Chemistry*.
- [39] Fu, F., Dionysiou, D. y Liu, H., (2014), The use of zero-valent iron for groundwater remediation and wastewater treatment: a review. *Journal of Hazardous Materials*, volumen 267, pp. 200-202.
- [40] Vázquez,G., (2000). *Introducción a la Microscopía Electrónica Aplicada a Las Ciencias Biológicas*, Fondo de Cultura Económica, ,México, pp. 92-93.
- [41] Pontificia Universidad Católica de Chile, (S.A), Laboratorio de Microscopia Electronica de Barrido SEM, <http://servicios.fis.puc.cl/sem/microscopio.html>, 5 Noviembre 2015.
- [42] Universidad Politécnica de Valencia, (2012), Microscopia electrónica de barrido,

<http://www.upv.es/entidades/SME/info/753120normalc.html>, 7 Noviembre 2015.

- [43] Bailey, P. Bailey, C., (1998). *Química orgánica: conceptos y aplicaciones*, Pearson Educación, México, pp. 426-427.
- [44] Gómez, S., Sierra, M. y Pérez, D., (2009). *Análisis Instrumental*, Netbiblo, España, pp. 69-79.
- [45] V. Alamillo, (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)*, Tesis para optar por el título Químico, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México, Toluca de Lerdo.
- [46] Primo Yúfera, E.,(1995). *Química orgánica básica y aplicada: De la molécula a la industria*, Segundo Edición, Editorial Reverté, España, pp. 998-500.
- [47] Walton, F. y Reyes, J., (983). *Análisis químico e instrumental moderno*, Editorial Reverté, España, pp. 162 -171.
- [48] Choi, H., Mohammad, H. y Kanel, S., (2008). Method of synthesizing air-stable zero-valent iron nanoparticles at room temperature and applications. Número de Patente: US 20080091054 A1. USA.
- [49] Tresilwised, N., Pithayanukul, P. y Plank, C., (2005). Factors Affecting Sizes of Magnetic Particles, *Mahidol University Journal of Pharmaceutical Sciences*, volumen 32, pp. 73-76.
- [50] Panturu, R. I., Jinescu, G., Panturu, E., Filcenco-Olteanu, A. y Radulescu, R., (2010). Synthesis and characterization of zerovalent iron intended to be used for

- decontamination of radioactive water, *UPB Sci. Bull*, volumen 72, pp. 209-210.
- [51] Fan, J., Guo, Y., Wang, J. y Fan, M., (2009). Rapid decolorization of azo dye methyl orange in aqueous solution by nanoscale zerovalent iron particles, *Journal of Hazardous Materials*, Volumen 166.
- [52] Tiraferri, A., Chen, K. L., Sethi, R. y Elimelech, M., (2008). Reduced aggregation and sedimentation of zero-valent iron nanoparticles in the presence of guar gum, *Journal of Colloid and Interface Science*, Volumen 324, pp. 71-73.
- [53] Lin, Y. H., Tseng, H., Wey, M., y Lin, M. D., (2010). Characteristics of two types of stabilized nano zero-valent iron and transport in porous media, *Science of the Total Environment*, Volumen 408.
- [54] Maslowska, J. y Janiak, J., (1996). Voltammetric and Spectrophotometric Studies on Tartrazine - a Food Colorant, *Chemia Analityczna*, Volumen 41, pp. 857.
- [55] Shih, Y. H., y Tso, C. P., (2012). Fast decolorization of azo-dye congo red with zerovalent iron nanoparticles and sequential mineralization with a fenton reaction, *Environmental Engineering Science*, Volumen 29, pp. 930-932
- [56] Dosal, M. y Villanueva, M., (2008). Curvas de Calibración en los Métodos Analíticos, http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/CURVASDECALIBRACION_23498.pdf, 20 Noviembre 2015.
- [57] Miller, J. N. y Miller, J.C., (2002). Estadística y Quimiometría para Química Analítica, Pearson Educación, España, pp. 111-152.

[58] Bustamante, J. y Carrascal, L.M., (2010). Estandarización de la técnica espectrofotométrica (UV-VIS) para la cuantificación de antraquinonas presentes en productos a base de Aloe vera, Trabajo de Grado para optar al título de Tecnólogo en Química, Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira.

ANEXOS

ANEXO 1

ANEXO 1: ACONDICIONAMIENTO DEL MÉTODO DE ESPECTROFOTOMETRÍA UV-Vis

Para el acondicionamiento del método se realizaron ensayos como:

- Curvas de calibración
- Linealidad
- Límites de detección y de cuantificación

CURVAS DE CALIBRACIÓN

Se llama curva de calibración a la representación gráfica de una señal que es medida en función de la concentración de un analito. La construcción de una curva de calibración permite encontrar la concentración existente de un compuesto en una muestra, mediante la comparación de estándares de un analito de concentración conocida y la cuantificación del compuesto a analizar [56].

Se realizó una curva de calibración por cada colorante utilizado. Para el violeta de metilo, por su coloración oscura, se realizó una curva de calibración con concentraciones de 5, 10, 15, 20 y 25 ppm de colorante. Para el rojo congo y la tartazina se emplearon 7 concentraciones de colorante (5 ppm, 15 ppm, 25 ppm, 35 ppm, 45 ppm, 55 ppm, 65 ppm y 75 ppm). Para el amarillo titán se utilizaron concentraciones de 5, 15, 25, 35, 45, 55 y 65 ppm.

ANÁLISIS DE REGRESION LINEAL, CÁLCULO DE LOS LÍMITES DE CONFIANZA Y DETERMINACIÓN DE LA LINEALIDAD DE LAS CURVAS

Siguiendo las pautas establecidas en el libro “Estadística y Quimiometría para Química Analítica” se llevó a cabo el análisis de regresión lineal y el cálculo de los límites de confianza para la determinación de la linealidad [57].

Como primer punto se calculó el coeficiente de correlación utilizando la siguiente ecuación:

$$r = \frac{\sum(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\{\sum(x_i - \bar{x})^2 \sum(y_i - \bar{y})^2\}^{1/2}} \quad (1)$$

Donde el valor de x_i corresponde a los datos de la ordenada, el valor de \bar{x} corresponde a la media de las mediciones de la ordenada (x), y_i es el valor de los datos de la abscisa mientras que \bar{y} es el valor de la media de las mediciones de la abscisa (y).

El método de los mínimos cuadrados permite determinar el valor de a , que corresponde a ordenada en el origen de la recta de la curva de calibración o el punto donde $x=0$, y el valor de b , que corresponde a la pendiente de la recta. Las ecuaciones utilizadas para estos cálculos se describen a continuación:

$$b = \frac{\sum(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum(x_i - \bar{x})^2} \quad (2)$$

$$a = \bar{y} - b\bar{x}$$

Los valores de concentración y absorbancia para cada curva de calibración se detallan en la Tabla A1.1. Estos valores se utilizaron para construir una recta de regresión y sobre x mediante la ecuación de la recta $y = bx + a$ y determinar el coeficiente de correlación.

Tabla A1.1. Coeficientes de correlación y ecuaciones de la recta de las curvas de calibración para cada colorante

Rojo Congo			Tartrazina		
	Concentración (mg/L)	Absorbancia		Concentración (mg/L)	Absorbancia
	0	0.0025		0	0.0135
	5	0.1089		5	0.2015
	15	0.3941		15	0.6897
	25	0.7155		25	1.1394
	35	1.0365		35	1.5216
	45	1.3534		45	2.0138
	55	1.666		55	2.4176
	65	2.0069		65	2.8941
	75	2.3638		75	3.3194
\bar{X}	35.56	1.0720	\bar{X}	35.56	1.5790
r	0.9993	b 0.0316	r	0.9998	b 0.0442
r ²	0.9987	a -0.0529	r ²	0.9996	a 0.0075

Amarillo Titán			Violeta de Metilo		
	<i>Concentración (mg/L)</i>	<i>Absorbancia</i>		<i>Concentración (mg/L)</i>	<i>Absorbancia</i>
	0	0.0324		0	0.0001
	5	0.325		5	0.848
	15	0.7349		10	1.5847
	25	1.1752		15	2.3156
	35	1.5933		20	3.0547
	45	2.0001		25	3.7841
	55	2.3976			
	65	2.7833			
\bar{X}	30.63	1.3802	\bar{X}	12.50	1.9312
r	0.9994	b 0.0420	r	0.9997	b 0.1501
r²	0.9988	a 0.0955	r²	0.9994	a 0.0547

Los coeficientes de correlación para cada colorante se encuentran muy cercanos a 1 indicando la tendencia lineal de las rectas. La representación gráfica de la curva de cada colorante se puede observar en la Figura A1.1.

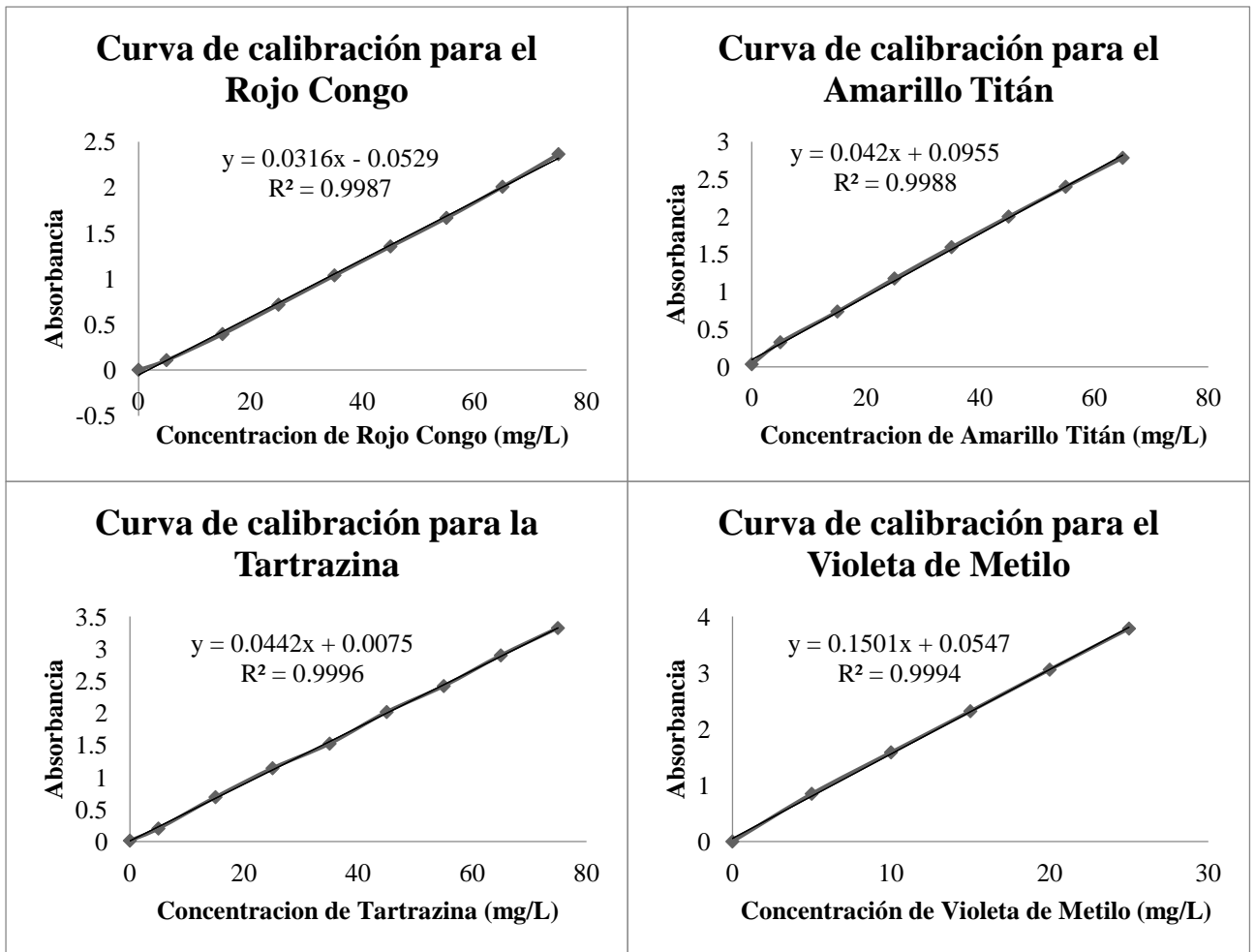


Figura A1.1. Curvas de calibración para el rojo congo, amarillo titán, tartrazina y violeta de metilo

El cálculo de la desviación estándar de la pendiente (S_b) y la desviación estándar del intercepto (S_a) permite calcular los límites de confianza de la pendiente y de la ordenada en el origen. Pero para esto es necesario calcular primero el error estándar $S_{y/x}$ mediante la siguiente ecuación:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(y_i - \hat{y})^2}{n-2}} \quad (3)$$

Donde \hat{y} son los valores teóricos hallados utilizando la ecuación de la recta y n es el número de estándares utilizados para la curva de calibración. Las ecuaciones para el cálculo de S_a y S_b se describen a continuación:

$$S_a = S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum x_i^2}{n \sum (x_i - \bar{x})^2}} \quad (4)$$

$$S_b = \frac{S_{y/x}}{\sqrt{\sum (x_i - \bar{x})^2}}$$

Los límites de confianza se calculan utilizando los datos de pendiente, ordenada al origen y desviaciones estándar de los mismos con ayuda de las siguientes formulas matemáticas:

$$LCP = b \pm (S_b * T) \quad (5)$$

$$LCI = a \pm (S_a * T)$$

LCP son los límites de confianza para la pendiente, LCI los límites de confianza para el intercepto y T es el valor de la distribución de T Student a y n-1 grados de libertad y 95% de confianza a dos colas. En la Tabla A1.2 se detallan los límites de confianza para cada recta.

Tabla A1.2. Límites de confianza del intercepto y la pendiente de cada curva de calibración para cada colorante

		Rojo Congo	Tartrazina	Amarillo titán	Violeta de metilo
<i>Desviación $S_{y/x}$</i>		0.0325	0.0235	0.0369	0.0396
<i>Desviación S_a</i>		0.0188	0.0136	0.0224	0.0287
<i>Desviación S_b</i>		0.0004	0.0003	0.000593	0.0019
<i>Límites de confianza del intercepto</i>	<i>Superior LCIS</i>	-0.0095	0.0389	0.1484	0.1284
	<i>Inferior LCII</i>	-0.0963	-0.0239	0.0426	-0.0190
<i>Límites de confianza de la pendiente</i>	<i>Superior LCPS</i>	0.0326	0.0449	0.0434	0.1550
	<i>Inferior LCPI</i>	0.0306	0.0435	0.0405	0.1452

Los límites de confianza representan los extremos de un intervalo de confianza dentro del cual existe la posibilidad de que se encuentre el valor verdadero. Si en la ecuación de la recta la b se intercambia por el límite de confianza de la pendiente LCP y el valor de a se intercambia por el límite de confianza del intercepto LCI es posible determinar y graficar los límites tanto superior e inferior de cada valor de x , correspondiente a la concentración de los estándares utilizados. La Figura A1.2 es la representación gráfica de los límites de confianza para cada colorante.

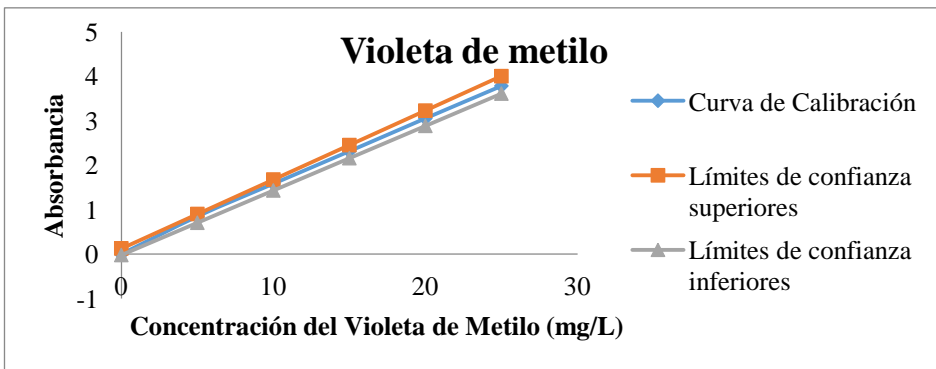
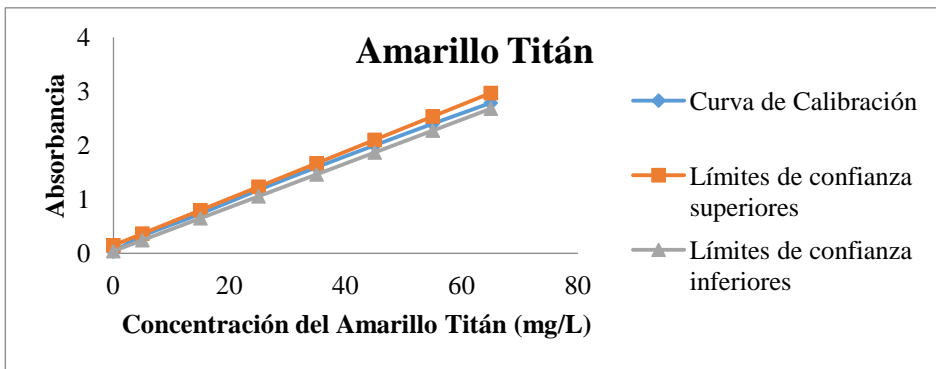
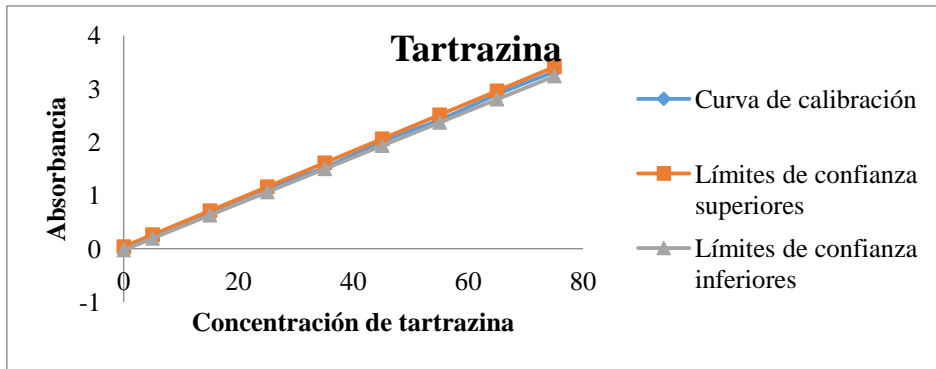
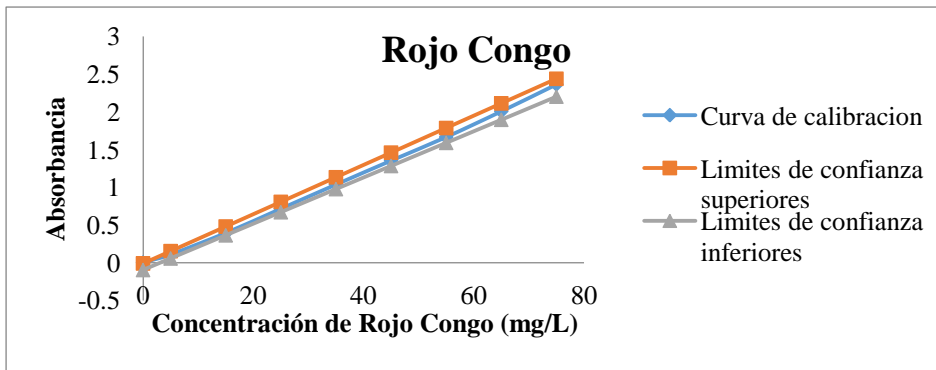


Figura A1.2. Límites de confianza de: rojo congo, tartrazina, amarillo titán y violeta de metilo

LÍMITES DE DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN

Se entiende por límite de detección (LOD, por sus siglas en inglés) a la mínima señal o cantidad de analito que puede ser detectada por el equipo, pero que no puede ser cuantificada bajo las condiciones del método utilizado, cabe recalcar que esta señal no debe ser confundida con la señal proveniente del blanco o del ruido de fondo. Por el contrario, el límite de cuantificación (LOQ, por sus siglas en inglés) corresponde a la menor cantidad de analito que puede ser cuantificada bajo las condiciones del método utilizado con precisión y exactitud [58].

Matemáticamente, se considera al límite de detección como la concentración del analito que se obtiene de una señal igual a la del blanco, conocida como Y_B , más tres veces la desviación estándar del blanco, llamada S_B . Para el límite de cuantificación se considera sumar Y_B el valor de diez desviaciones estándar S_B [57]. Las ecuaciones para la determinación de ambos límites se describen a continuación:

$$LOD = Y_B + 3S_B \quad (6)$$

$$LOQ = Y_B + 10S_B$$

Para el cálculo tanto del límite de detección como del límite de cuantificación se realizaron mediciones de 10 blancos por curva de calibración, los resultados de este análisis se registran en la Tabla A1.3.

Tabla A1.3. Límites de detección y cuantificación para cada colorante

	<i>Rojo Congo</i>	<i>Tartrazina</i>	<i>Amarillo titán</i>	<i>Violeta de metilo</i>
1	0.0315	0.0168	0.0300	0.0012
2	0.0216	0.0216	0.0216	0.0004
3	0.0178	0.0178	0.0098	0.0150
4	0.0108	0.0008	0.0018	0.0210
5	0.0055	0.0205	0.0205	0.0158
6	0.0164	0.0364	0.0164	0.0001
7	0.0047	0.0048	0.0056	0.0176
8	0.0000	0.0283	0.0016	0.0046
9	0.0110	0.0012	0.0007	0.0020
10	0.0071	0.0347	0.0278	0.0014
Σ	0.1264	0.1829	0.1358	0.0535
\bar{X}	0.0211	0.0305	0.0226	0.0089
SB	0.0090	0.0114	0.0098	0.0094
LOD	0.0480	0.0647	0.0522	0.0371
LOQ	0.1108	0.1444	0.1211	0.1027

ANEXO 2

ANEXO 2: TABLAS DE LOS RESULTADOS GENERALES DE LOS ENSAYOS REALIZADOS DURANTE EL ESTUDIO

RESULTADOS DE LA REMOCIÓN DE COLORANTE AL VARIAR LA CONCENTRACIÓN DE FeNPs Y EL TIEMPO DE CONTACTO

Tabla A2.1. Resultados generales de la remoción del Rojo Congo al variar la concentración de FeNPs y el tiempo de contacto

FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	1,2335	40,71	45,72	25	10	1,2879	42,43	43,43
	20	0,8989	30,12	59,84		20	0,8935	29,95	60,07
	30	0,1777	20,7	72,40		30	0,1777	21,9	70,80
50	10	1,0073	33,55	55,27	50	10	0,9627	32,14	57,15
	20	0,6511	22,28	70,29		20	0,6891	23,48	68,69
	30	0,1944	16,89	77,48		30	0,1944	16,6	77,87
100	10	0,8246	27,77	62,97	100	10	0,8477	28,5	62,00
	20	0,4941	17,31	76,92		20	0,4597	16,22	78,37
	30	0,2246	13,43	82,09		30	0,2246	12,4	83,47

150	10	0,6553	22,41	70,12	150	10	0,6287	21,57	71,24
	20	0,3449	12,59	83,21		20	0,3519	12,81	82,92
	30	0,326	8,31	88,92		30	0,326	9,5	87,33
200	10	0,4442	15,73	79,03	200	10	0,4660	16,42	78,11
	20	0,2163	8,52	88,64		20	0,2280	8,89	88,15
	30	0,2276	5,35	92,87		30	0,2276	4,9	93,47
<i>Prueba 3</i>					<i>Prueba 4</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	1,2591	41,52	44,64	25	10	1,2724	41,94	44,08
	20	0,9393	31,4	58,13		20	0,9131	30,57	59,24
	30	0,1777	20,52	72,64		30	0,1777	20,33	72,89
50	10	1,0187	33,91	54,79	50	10	1,0171	33,86	54,85
	20	0,6730	22,97	69,37		20	0,6366	21,82	70,91
	30	0,1944	15,48	79,36		30	0,1944	15,98	78,69
100	10	0,8379	28,19	62,41	100	10	0,7975	26,91	64,12
	20	0,5206	18,15	75,80		20	0,4764	16,75	77,67
	30	0,2246	11,93	84,09		30	0,2246	13,74	81,68
150	10	0,6398	21,92	70,77	150	10	0,6050	20,82	72,24
	20	0,3029	11,26	84,99		20	0,3614	13,11	82,52

200	30	0,326	8,75	88,33	200	30	0,326	9,67	87,11
	10	0,4066	14,54	80,61		10	0,4505	15,93	78,76
	20	0,2065	8,21	89,05		20	0,2268	8,85	88,20
	30	0,2276	5,49	92,68		30	0,2276	6,15	91,80
<i>Prueba 5</i>					<i>Prueba 6</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	1,2955	42,67	43,11	25	10	1,2418	40,97	45,37
	20	0,9039	30,28	59,63		20	0,8885	29,79	60,28
	30	0,1777	21,43	71,43		30	0,1777	22,25	70,33
50	10	1,0465	34,79	53,61	50	10	0,9883	32,95	56,07
	20	0,6777	23,12	69,17		20	0,6606	22,58	69,89
	30	0,1944	16,22	78,37		30	0,1944	17,41	76,79
100	10	0,8142	27,44	63,41	100	10	0,8420	28,32	62,24
	20	0,5017	17,55	76,60		20	0,4691	16,52	77,97
	30	0,2246	12,9	82,80		30	0,2246	13,52	81,97
150	10	0,6211	21,33	71,56	150	10	0,6682	22,82	69,57
	20	0,4157	14,83	80,23		20	0,3503	12,76	82,99
	30	0,326	9,17	87,77		30	0,326	10,33	86,23
200	10	0,4628	16,32	78,24	200	10	0,4296	15,27	79,64

	20	0,2233	8,74	88,35		20	0,2100	8,32	88,91
	30	0,2276	5,93	92,09		30	0,2276	6,74	91,01
<i>Prueba 7</i>					<i>Prueba 8</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	1,2686	41,82	44,24	25	10	1,2591	41,52	44,64
	20	0,9551	31,9	57,47		20	0,9223	30,86	58,85
	30	0,1777	21,66	71,12		30	0,1777	20,76	72,32
50	10		32,42	56,77	50	10	0,9817	32,74	56,35
	20	0,6192	21,27	71,64		20	0,6553	22,41	70,12
	30	0,1944	17,15	77,13		30	0,1944	15,35	79,53
100	10	0,8082	27,25	63,67	100	10	0,8569	28,79	61,61
	20	0,5134	17,92	76,11		20	0,4647	16,38	78,16
	30	0,2246	13,82	81,57		30	0,2246	12,94	82,75
150	10	0,6072	20,89	72,15	150	10	0,6461	22,12	70,51
	20	0,3623	13,14	82,48		20	0,3143	11,62	84,51
	30	0,326	8,58	88,56		30	0,326	9,43	87,43
200	10	0,4562	16,11	78,52	200	10	0,4457	15,78	78,96
	20	0,2233	8,74	88,35		20	0,2034	8,11	89,19
	30	0,2276	4,27	94,31		30	0,2276	5,57	92,57

<i>Prueba 9</i>					<i>Prueba 10</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	1,2534	41,34	44,88	25	10	1,2898	42,49	43,35
	20	0,9346	31,25	58,33		20	0,9169	30,69	59,08
	30	0,1777	20,11	73,19		30	0,1777	20,25	73,00
50	10	1,0177	33,88	54,83	50	10	1,0253	34,12	54,51
	20	0,6856	23,37	68,84		20	0,6085	20,93	72,09
	30	0,1944	15,75	79,00		30	0,1944	16,47	78,04
100	10	0,8196	27,61	63,19	100	10	0,8110	27,34	63,55
	20	0,4334	15,39	79,48		20	0,4818	16,92	77,44
	30	0,2246	12,62	83,17		30	0,2246	13,15	82,47
150	10	0,6312	21,65	71,13	150	10	0,6647	22,71	69,72
	20	0,4031	14,43	80,76		20	0,3671	13,29	82,28
	30	0,326	9,77	86,97		30	0,326	9,1	87,87
200	10	0,4666	16,44	78,08	200	10	0,4508	15,94	78,75
	20	0,2179	8,57	88,57		20	0,2372	9,18	87,76
	30	0,2276	5,12	93,17		30	0,2276	6,33	91,56

Tabla A2.2. Resultados generales de la remoción del amarillo titán al variar la concentración de FeNPs y el tiempo de contacto

<i>Prueba 1</i>					<i>Prueba 2</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	2,0157	45,72	39,04	25	10	1,9910	45,13	39,83
	20	1,5651	34,99	53,35		20	1,5134	33,76	54,99
	30	1,3677	30,29	59,61		30	1,3513	29,9	60,13
50	10	1,6743	37,59	49,88	50	10	1,6902	37,97	49,37
	20	1,3622	30,16	59,79		20	1,3433	29,71	60,39
	30	1,2471	27,42	63,44		30	1,2366	27,17	63,77
100	10	1,4374	31,95	57,40	100	10	1,3677	30,29	59,61
	20	1,1631	25,42	66,11		20	1,0460	22,63	69,83
	30	0,8662	18,35	75,53		30	0,8406	17,74	76,35
150	10	1,2497	27,48	63,36	150	10	1,2765	28,12	62,51
	20	0,9132	19,47	74,04		20	0,8847	18,79	74,95
	30	0,6092	12,23	83,69		30	0,7053	14,52	80,64
200	10	0,9527	20,41	72,79	200	10	0,9947	21,41	71,45
	20	0,7389	15,32	79,57		20	0,7671	15,99	78,68
	30	0,4802	9,16	87,79		30	0,5554	10,95	85,40

<i>Prueba 3</i>					<i>Prueba 4</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	1,8746	42,36	43,52	25	10	1,9343	43,78	41,63
	20	1,6134	36,14	51,81		20	1,5756	35,24	53,01
	30	1,3395	29,62	60,51		30	1,4181	31,49	58,01
50	10	1,6587	37,22	50,37	50	10	1,6419	36,82	50,91
	20	1,3534	29,95	60,07		20	1,3059	28,82	61,57
	30	1,1308	24,65	67,13		30	1,1837	25,91	65,45
100	10	1,4214	31,57	57,91	100	10	1,4105	31,31	58,25
	20	1,1925	26,12	65,17		20	1,1190	24,37	67,51
	30	0,8490	17,94	76,08		30	0,8599	18,2	75,73
150	10	1,2698	27,96	62,72	150	10	1,2114	26,57	64,57
	20	0,9888	21,27	71,64		20	0,9506	20,36	72,85
	30	0,7583	15,78	78,96		30	0,7108	14,65	80,47
200	10	0,9578	20,53	72,63	200	10	1,0275	22,19	70,41
	20	0,7226	14,93	80,09		20	0,7877	16,48	78,03
	30	0,5327	10,41	86,12		30	0,4958	9,53	87,29

<i>Prueba 5</i>					<i>Prueba 6</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	1,9695	44,62	40,51	25	10	2,0061	45,49	39,35
	20	1,5348	34,27	54,31		20	1,5563	34,78	53,63
	30	1,3778	30,53	59,29		30	1,3660	30,25	59,67
50	10	1,6281	36,49	51,35	50	10	1,5689	35,08	53,23
	20	1,3605	30,12	59,84		20	1,3677	30,29	59,61
	30	1,0728	23,27	68,97		30	1,1648	25,46	66,05
100	10	1,4597	32,48	56,69	100	10	1,3778	30,53	59,29
	20	1,0913	23,71	68,39		20	1,1673	25,52	65,97
	30	0,8557	18,1	75,87		30	0,9120	19,44	74,08
150	10	1,2564	27,64	63,15	150	10	1,1925	26,12	65,17
	20	1,0124	21,83	70,89		20	0,9275	19,81	73,59
	30	0,7704	16,07	78,57		30	0,7620	15,87	78,84
200	10	1,0182	21,97	70,71	200	10	0,9611	20,61	72,52
	20	0,7142	14,73	80,36		20	0,7360	15,25	79,67
	30	0,5877	11,72	84,37		30	0,4714	8,95	88,07

<i>Prueba 7</i>					<i>Prueba 8</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	1,8910	42,75	43,00	25	10	2,0330	46,13	38,49
	20	1,5033	33,52	55,31		20	1,5516	34,67	53,77
	30	1,3034	28,76	61,65		30	1,4038	31,15	58,47
50	10	1,6655	37,38	50,16	50	10	1,6571	37,18	50,43
	20	1,3349	29,51	60,65		20	1,3484	29,83	60,23
	30	1,1010	23,94	68,08		30	1,1917	26,1	65,20
100	10	1,3467	29,79	60,28	100	10	1,3332	29,47	60,71
	20	1,2169	26,7	64,40		20	1,1144	24,26	67,65
	30	0,8322	17,54	76,61		30	0,9279	19,82	73,57
150	10	1,1354	24,76	66,99	150	10	1,1543	25,21	66,39
	20	0,9981	21,49	71,35		20	0,9603	20,59	72,55
	30	0,7444	15,45	79,40		30	0,8074	16,95	77,40
200	10	1,0086	21,74	71,01	200	10	0,9179	19,58	73,89
	20	0,7877	16,48	78,03		20	0,7188	14,84	80,21
	30	0,6096	12,24	83,68		30	0,5436	10,67	85,77

<i>Prueba 9</i>					<i>Prueba 10</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	1,9985	45,31	39,59	25	10	1,9763	44,78	40,29
	20	1,5735	35,19	53,08		20	1,6205	36,31	51,59
	30	1,3568	30,03	59,96		30	1,3731	30,42	59,44
50	10	1,6092	36,04	51,95	50	10	1,0664	35,42	52,77
	20	1,2862	28,35	62,20		20	1,3429	29,7	60,40
	30	1,1841	25,92	65,44		30	1,2408	27,27	63,64
100	10	1,3605	30,12	59,84	100	10	0,9144	30,61	59,19
	20	1,1081	24,11	67,85		20	1,1417	24,91	66,79
	30	0,8633	18,28	75,63		30	0,8255	17,38	76,83
150	10	1,2224	26,83	64,23	150	10	0,7513	25,45	66,07
	20	0,8355	17,62	76,51		20	1,0434	22,57	69,91
	30	0,7469	15,51	79,32		30	0,6801	13,92	81,44
200	10	1,0350	22,37	70,17	200	10	0,6262	21,49	71,35
	20	0,7314	15,14	79,81		20	0,7394	15,33	79,56
	30	0,5079	9,82	86,91		30	0,5932	11,85	84,20

Tabla A2.3. Resultados generales de la remoción de la tartrazina al variar la concentración de FeNPs y el tiempo de contacto

<i>Prueba 1</i>					<i>Prueba 2</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	2,1561	48,61	35,19	25	10	2,1123	47,62	36,51
	20	1,6677	37,56	49,92		20	1,6646	37,49	50,01
	30	1,4374	32,35	56,87		30	1,4630	32,93	56,09
50	10	1,9337	43,58	41,89	50	10	1,9156	43,17	42,44
	20	1,5417	34,71	53,72		20	1,5094	33,98	54,69
	30	1,2447	27,99	62,68		30	1,2062	27,12	63,84
100	10	1,7074	38,46	48,72	100	10	1,6973	38,23	49,03
	20	1,2738	28,65	61,80		20	1,2694	28,55	61,93
	30	0,9591	21,53	71,29		30	0,9516	21,36	71,52
150	10	1,3463	30,29	59,61	150	10	1,3680	30,78	58,96
	20	1,0634	23,89	68,15		20	1,0294	23,12	69,17
	30	0,7222	16,17	78,44		30	0,7399	16,57	77,91
200	10	1,0847	24,37	67,51	200	10	1,0665	23,96	68,05
	20	0,8349	18,72	75,04		20	0,8517	19,1	74,53
	30	0,5573	12,44	83,41		30	0,5131	11,44	84,75

<i>Prueba 3</i>					<i>Prueba 4</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	2,1455	48,37	35,51	25	10	2,1751	49,04	34,61
	20	1,6942	38,16	49,12		20	1,6840	37,93	49,43
	30	1,4727	33,15	55,80		30	1,4939	33,63	55,16
50	10	1,9638	44,26	40,99	50	10	1,9373	43,66	41,79
	20	1,5381	34,63	53,83		20	1,5364	34,59	53,88
	30	1,2495	28,1	62,53		30	1,2186	27,4	63,47
100	10	1,7127	38,58	48,56	100	10	1,6814	37,87	49,51
	20	1,2248	27,54	63,28		20	1,2645	28,44	62,08
	30	0,9556	21,45	71,40		30	0,9322	20,92	72,11
150	10	1,3963	31,42	58,11	150	10	1,3092	29,45	60,73
	20	1,0599	23,81	68,25		20	1,0206	22,92	69,44
	30	0,7801	17,48	76,69		30	0,7532	16,87	77,51
200	10	1,0997	24,71	67,05	200	10	1,0957	24,62	67,17
	20	0,8455	18,96	74,72		20	0,8230	18,45	75,40
	30	0,5339	11,91	84,12		30	0,5706	12,74	83,01

<i>Prueba 5</i>					<i>Prueba 6</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	2,1393	48,23	35,69	25	10	2,1861	49,29	34,28
	20	1,6685	37,58	49,89		20	1,7101	38,52	48,64
	30	1,4785	33,28	55,63		30	1,5196	34,21	54,39
50	10	1,9466	43,87	41,51	50	10	1,9846	44,73	40,36
	20	1,5019	33,81	54,92		20	1,5435	34,75	53,67
	30	1,2606	28,35	62,20		30	1,2641	28,43	62,09
100	10	1,7176	38,69	48,41	100	10	1,7048	38,4	48,80
	20	1,2747	28,67	61,77		20	1,2310	27,68	63,09
	30	1,0201	22,91	69,45		30	0,9096	20,41	72,79
150	10	1,3697	30,82	58,91	150	10	1,3932	31,35	58,20
	20	1,0440	23,45	68,73		20	1,0360	23,27	68,97
	30	0,7925	17,76	76,32		30	0,7943	17,8	76,27
200	10	1,0780	24,22	67,71	200	10	1,0201	22,91	69,45
	20	0,8265	18,53	75,29		20	0,8535	19,14	74,48
	30	0,5547	12,38	83,49		30	0,5255	11,72	84,37

<i>Prueba 7</i>					<i>Prueba 8</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	2,1176	47,74	36,35	25	10	2,1830	49,22	34,37
	20	1,6831	37,91	49,45		20	1,7225	38,8	48,27
	30	1,4988	33,74	55,01		30	1,5183	34,18	54,43
50	10	2,0040	45,17	39,77	50	10	1,9762	44,54	40,61
	20	1,5023	33,82	54,91		20	1,5488	34,87	53,51
	30	1,2314	27,69	63,08		30	1,2769	28,72	61,71
100	10	1,7525	39,48	47,36	100	10	1,7079	38,47	48,71
	20	1,2668	28,49	62,01		20	1,2195	27,42	63,44
	30	1,0029	22,52	69,97		30	1,0621	23,86	68,19
150	10	1,2747	28,67	61,77	150	10	1,4170	31,89	57,48
	20	1,0780	24,22	67,71		20	1,0528	23,65	68,47
	30	0,8230	18,45	75,40		30	0,7996	17,92	76,11
200	10	1,0581	23,77	68,31	200	10	1,1085	24,91	66,79
	20	0,8345	18,71	75,05		20	0,8376	18,78	74,96
	30	0,5534	12,35	83,53		30	0,6099	13,63	81,83

<i>Prueba 9</i>					<i>Prueba 10</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	2,1640	48,79	34,95	25	10	2,1972	49,54	33,95
	20	1,7432	39,27	47,64		20	1,6151	36,37	51,51
	30	1,4679	33,04	55,95		30	1,5328	34,51	53,99
50	10	1,9413	43,75	41,67	50	10	1,9576	44,12	41,17
	20	1,5222	34,27	54,31		20	1,3242	29,79	60,28
	30	1,2367	27,81	62,92		30	1,2570	28,27	62,31
100	10	1,7282	38,93	48,09	100	10	1,7441	39,29	47,61
	20	1,2199	27,43	63,43		20	1,1098	24,94	66,75
	30	0,9927	22,29	70,28		30	0,9494	21,31	71,59
150	10	1,3560	30,51	59,32	150	10	1,3967	31,43	58,09
	20	1,0409	23,38	68,83		20	1,0029	22,52	69,97
	30	0,8283	18,57	75,24		30	0,7828	17,54	76,61
200	10	1,0966	24,64	67,15	200	10	1,1249	25,28	66,29
	20	0,8279	18,56	75,25		20	0,8168	18,31	75,59
	30	0,5755	12,85	82,87		30	0,6214	13,89	81,48

Tabla A24. Resultados generales de la remoción del violeta de metilo de al variar la concentración de FeNPs y el tiempo de contacto

<i>Prueba 1</i>					<i>Prueba 2</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	2,0765	13,47	46,12	25	10	2,0435	13,25	47,00
	20	1,7043	10,99	56,04		20	1,6653	10,73	57,08
	30	0,7226	4,45	82,20		30	0,6791	4,16	83,36
50	10	1,1474	7,28	70,88	50	10	1,1519	7,31	70,76
	20	0,7016	4,31	82,76		20	0,6941	4,26	82,96
	30	0,5966	3,61	85,56		30	0,5665	3,41	86,36
100	10	0,6866	4,21	83,16	100	10	0,7497	4,63	81,48
	20	0,5425	3,25	87,00		20	0,6116	3,71	85,16
	30	0,4059	2,34	90,64		30	0,4330	2,52	89,92
150	10	0,6011	3,64	85,44	150	10	0,6086	3,69	85,24
	20	0,4390	2,56	89,76		20	0,4510	2,64	89,44
	30	0,3339	1,86	92,56		30	0,3534	1,99	92,04
200	10	0,4645	2,73	89,08	200	10	0,5110	3,04	87,84
	20	0,3339	1,86	92,56		20	0,3534	1,99	92,04
	30	0,2018	0,98	96,08		30	0,1943	0,93	96,28

<i>Prueba 3</i>					<i>Prueba 4</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	2,0886	13,55	45,80	25	10	1,9925	12,91	48,36
	20	1,6863	10,87	56,52		20	1,7418	11,24	55,04
	30	0,7317	4,51	81,96		30	0,7482	4,62	81,52
50	10	1,0829	6,85	72,60	50	10	1,1774	7,48	70,08
	20	0,6416	3,91	84,36		20	0,6731	4,12	83,52
	30	0,5290	3,16	87,36		30	0,5395	3,23	87,08
100	10	0,8022	4,98	80,08	100	10	0,7166	4,41	82,36
	20	0,5620	3,38	86,48		20	0,5035	2,99	88,04
	30	0,4510	2,64	89,44		30	0,4059	2,34	90,64
150	10	0,6281	3,82	84,72	150	10	0,5605	3,37	86,52
	20	0,4029	2,32	90,72		20	0,3864	2,21	91,16
	30	0,2783	1,49	94,04		30	0,2829	1,52	93,92
200	10	0,4510	2,64	89,44	200	10	0,4885	2,89	88,44
	20	0,3639	2,06	91,76		20	0,3369	1,88	92,48
	30	0,2003	0,97	96,12		30	0,1958	0,94	96,24
<i>Prueba 5</i>					<i>Prueba 6</i>				
FeNPs	Tiempo	Absorbancia	C,R*	%	FeNPs	Tiempo	Absorbancia	C,R*	%

(g/L)	(min)		(mg/L)	Eficiencia	(g/L)			(mg/L)	Eficiencia
25	10	2,0225	13,11	47,56	25	10	1,9685	12,75	49,00
	20	1,7328	11,18	55,28		20	1,7013	10,97	56,12
	30	0,6431	3,92	84,32		30	0,6191	3,76	84,96
50	10	1,1699	7,43	70,28	50	10	1,1234	7,12	71,52
	20	0,6611	4,04	83,84		20	0,6866	4,21	83,16
	30	0,5035	2,99	88,04		30	0,4915	2,91	88,36
100	10	0,5590	3,36	86,56	100	10	0,7857	4,87	80,52
	20	0,5590	3,36	86,56		20	0,5560	3,34	86,64
	30	0,3969	2,28	90,88		30	0,4420	2,58	89,68
150	10	0,4209	2,44	90,24	150	10	0,5846	3,53	85,88
	20	0,4209	2,44	90,24		20	0,4390	2,56	89,76
	30	0,3294	1,83	92,68		30	0,3024	1,65	93,40
200	10	0,3444	1,93	92,28	200	10	0,4960	2,94	88,24
	20	0,3444	1,93	92,28		20	0,3279	1,82	92,72
	30	0,2123	1,05	95,80		30	0,1988	0,96	96,16

<i>Prueba 7</i>					<i>Prueba 8</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	2,0525	13,31	46,76	25	10	2,0255	13,13	47,48
	20	1,7553	11,33	54,68		20	1,7253	11,13	55,48
	30	0,7842	4,86	80,56		30	0,6986	4,29	82,84
50	10	1,1940	7,59	69,64	50	10	1,2480	7,95	68,20
	20	0,8022	4,98	80,08		20	0,8082	5,02	79,92
	30	0,6146	3,73	85,08		30	0,5906	3,57	85,72
100	10	0,7031	4,32	82,72	100	10	0,7407	4,57	81,72
	20	0,6236	3,79	84,84		20	0,5921	3,58	85,68
	30	0,4495	2,63	89,48		30	0,4224	2,45	90,20
150	10	0,5560	3,34	86,64	150	10	0,4915	2,91	88,36
	20	0,4660	2,74	89,04		20	0,4555	2,67	89,32
	30	0,3264	1,81	92,76		30	0,3129	1,72	93,12
200	10	0,5065	3,01	87,96	200	10	0,5095	3,03	87,88
	20	0,3114	1,71	93,16		20	0,3474	1,95	92,20
	30	0,2273	1,15	95,40		30	0,2108	1,04	95,84

<i>Prueba 9</i>					<i>Prueba 10</i>				
FeNPs (g/L)	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	FeNPs (g/L)	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
25	10	2,1516	13,97	44,12	25	10	2,0976	13,61	45,56
	20	1,6728	10,78	56,88		20	1,7628	11,38	54,48
	30	0,7362	4,54	81,84		30	0,7241	4,46	82,16
50	10	1,0544	6,66	73,36	50	10	1,1459	7,27	70,92
	20	0,7106	4,37	82,52		20	0,6746	4,13	83,48
	30	0,6161	3,74	85,04		30	0,5981	3,62	85,52
100	10	0,6461	3,94	84,24	100	10	0,7662	4,74	81,04
	20	0,5981	3,62	85,52		20	0,6266	3,81	84,76
	30	0,4630	2,72	89,12		30	0,4810	2,84	88,64
150	10	0,5755	3,47	86,12	150	10	0,6086	3,69	85,24
	20	0,4134	2,39	90,44		20	0,4315	2,51	89,96
	30	0,3159	1,74	93,04		30	0,2994	1,63	93,48
200	10	0,4855	2,87	88,52	200	10	0,4975	2,95	88,20
	20	0,3324	1,85	92,60		20	0,3144	1,73	93,08
	30	0,2063	1,01	95,96		30	0,2138	1,06	95,76

RESULTADOS DE LA REMOCIÓN DE COLORANTE AL VARIAR EL pH DE LA SOLUCIÓN

Tabla A2.5. Resultados generales de la remoción del Rojo Congo al variar el pH

<i>Prueba 1</i>					<i>Prueba 2</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3146	11,63	84,49	3	10	0,3089	11,45	84,73
	20	0,1310	5,82	92,24		20	0,1181	5,41	92,79
	30	0,0157	2,17	97,11		30	0,0223	2,38	96,83
5	10	0,3993	14,31	80,92	5	10	0,3870	13,92	81,44
	20	0,1762	7,25	90,33		20	0,1680	6,99	90,68
	30	0,0789	4,17	94,44		30	0,0662	3,77	94,97
7	10	0,4530	16,01	78,65	7	10	0,4603	16,24	78,35
	20	0,2312	8,99	88,01		20	0,2356	9,13	87,83
	30	0,1402	6,11	91,85		30	0,1361	5,98	92,03
9	10	0,9305	31,12	58,51	9	10	0,9232	30,89	58,81
	20	0,7526	25,49	66,01		20	0,7453	25,26	66,32
	30	0,5276	18,37	75,51		30	0,5481	19,02	74,64
11	10	1,5704	51,37	31,51	11	10	1,5214	49,82	33,57
	20	1,2332	40,7	45,73		20	1,1691	38,67	48,44

	30	0,9760	32,56	56,59		30	0,9403	31,43	58,09
<i>Prueba 3</i>					<i>Prueba 4</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3317	12,17	83,77	3	10	0,3260	11,99	84,01
	20	0,1361	5,98	92,03		20	0,1285	5,74	92,35
	30	0,0233	2,41	96,79		30	0,0122	2,06	97,25
5	10	0,3753	13,55	81,93	5	10	0,4154	14,82	80,24
	20	0,1961	7,88	89,49		20	0,1500	6,42	91,44
	30	0,0846	4,35	94,20		30	0,0773	4,12	94,51
7	10	0,4773	16,78	77,63	7	10	0,4698	16,54	77,95
	20	0,2426	9,35	87,53		20	0,2233	8,74	88,35
	30	0,1481	6,36	91,52		30	0,1623	6,81	90,92
9	10	0,9175	30,71	59,05	9	10	0,9280	31,04	58,61
	20	0,7583	25,67	65,77		20	0,7358	24,96	66,72
	30	0,5434	18,87	74,84		30	0,5456	18,94	74,75
11	10	1,5442	50,54	32,61	11	10	1,5214	49,82	33,57
	20	1,2651	41,71	44,39		20	1,2035	39,76	46,99
	30	0,9678	32,3	56,93		30	0,9074	30,39	59,48

<i>Prueba 5</i>					<i>Prueba 6</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3279	12,05	83,93	3	10	0,3181	11,74	84,35
	20	0,1114	5,20	93,07		20	0,1045	4,98	93,36
	30	0,0277	2,55	96,60		30	0,0100	1,99	97,35
5	10	0,4047	14,48	80,69	5	10	0,3920	14,08	81,23
	20	0,1926	7,77	89,64		20	0,1983	7,95	89,40
	30	0,0842	4,34	94,21		30	0,0738	4,01	94,65
7	10	0,4492	15,89	78,81	7	10	0,4644	16,37	78,17
	20	0,2429	9,36	87,52		20	0,2543	9,72	87,04
	30	0,1664	6,94	90,75		30	0,1500	6,42	91,44
9	10	0,9125	30,55	59,27	9	10	0,9213	30,83	58,89
	20	0,7507	25,43	66,09		20	0,7358	24,96	66,72
	30	0,5459	18,95	74,73		30	0,5478	19,01	74,65
11	10	1,5862	51,87	30,84	11	10	1,5341	50,22	33,04
	20	1,1931	39,43	47,43		20	1,2405	40,93	45,43
	30	0,9574	31,97	57,37		30	0,9090	30,44	59,41

<i>Prueba 7</i>					<i>Prueba 8</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3146	11,63	84,49	3	10	10	0,3080	11,42
	20	0,1102	5,16	93,12		20	20	0,0978	4,77
	30	0,0359	2,81	96,25		30	30	0,0400	2,94
5	10	0,3892	13,99	81,35	5	10	0,3961	14,21	81,05
	20	0,1914	7,73	89,69		20	0,1487	6,38	91,49
	30	0,0691	3,86	94,85		30	0,0842	4,34	94,21
7	10	0,4723	16,62	77,84	7	10	0,4679	16,48	78,03
	20	0,2359	9,14	87,81		20	0,2473	9,5	87,33
	30	0,1623	6,81	90,92		30	0,1566	6,63	91,16
9	10	0,9340	31,23	58,36	9	10	0,9207	30,81	58,92
	20	0,7545	25,55	65,93		20	0,7668	25,94	65,41
	30	0,5390	18,73	75,03		30	0,5273	18,36	75,52
11	10	1,5274	50,01	33,32	11	10	1,5141	49,59	33,88
	20	1,2497	41,22	45,04		20	1,2367	40,81	45,59
	30	0,9627	32,14	57,15		30	0,9318	31,16	58,45

<i>Prueba 9</i>					<i>Prueba 10</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3288	12,08	83,89	3	10	0,3045	11,31	84,92
	20	0,0950	4,68	93,76		20	0,0808	4,23	94,36
	30	0,0331	2,72	96,37		30	0,0062	1,87	97,51
5	10	0,4135	14,76	80,32	5	10	0,3718	13,44	82,08
	20	0,1787	7,33	90,23		20	0,1907	7,71	89,72
	30	0,1026	4,92	93,44		30	0,0628	3,66	95,12
7	10	0,4840	16,99	77,35	7	10	0,4647	16,38	78,16
	20	0,2640	10,03	86,63		20	0,2476	9,51	87,32
	30	0,1680	6,99	90,68		30	0,1383	6,05	91,93
9	10	0,9068	30,37	59,51	9	10	0,9002	30,16	59,79
	20	0,7409	25,12	66,51		20	0,7305	24,79	66,95
	30	0,5143	17,95	76,07		30	0,5225	18,21	75,72
11	10	1,5736	51,47	31,37	11	10	1,5375	50,33	32,89
	20	1,2481	41,17	45,11		20	1,2256	40,46	46,05
	30	0,9276	31,03	58,63		30	0,9112	30,51	59,32

Tabla A2.6. Resultados generales de la remoción de la tartrazina al variar el pH,

<i>Prueba 1</i>					<i>Prueba 2</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,7788	17,45	76,73	3	10	0,7859	17,61	76,52
	20	0,5326	11,88	84,16		20	0,5136	11,45	84,73
	30	0,3465	7,67	89,77		30	0,3315	7,33	90,23
5	10	0,8818	19,78	73,63	5	10	0,8734	19,59	73,88
	20	0,6095	13,62	81,84		20	0,6002	13,41	82,12
	30	0,4822	10,74	85,68		30	0,4544	10,11	86,52
7	10	1,1563	25,99	65,35	7	10	1,1629	26,14	65,15
	20	0,8729	19,58	73,89		20	0,8986	20,16	73,12
	30	0,5737	12,81	82,92		30	0,5861	13,09	82,55
9	10	1,6168	36,41	51,45	9	10	1,6261	36,62	51,17
	20	1,2999	29,24	61,01		20	1,2858	28,92	61,44
	30	1,0458	23,49	68,68		30	1,0705	24,05	67,93
11	10	2,0257	45,66	39,12	11	10	2,0084	45,27	39,64
	20	1,6964	38,21	49,05		20	1,7114	38,55	48,60
	30	1,4984	33,73	55,03		30	1,4732	33,16	55,79

<i>Prueba 3</i>					<i>Prueba 4</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,7505	16,81	77,59	3	10	0,7660	17,16	77,12
	20	0,5087	11,34	84,88		20	0,5215	11,63	84,49
	30	0,3576	7,92	89,44		30	0,3262	7,21	90,39
5	10	0,8628	19,35	74,20	5	10	0,8557	19,19	74,41
	20	0,6179	13,81	81,59		20	0,6157	13,76	81,65
	30	0,4468	9,94	86,75		30	0,4588	10,21	86,39
7	10	1,1823	26,58	64,56	7	10	1,1664	26,22	65,04
	20	0,9034	20,27	72,97		20	0,9052	20,31	72,92
	30	0,5817	12,99	82,68		30	0,5940	13,27	82,31
9	10	1,6124	36,31	51,59	9	10	1,6433	37,01	50,65
	20	1,3087	29,44	60,75		20	1,3171	29,63	60,49
	30	1,0550	23,7	68,40		30	1,0679	23,99	68,01
11	10	2,0416	46,02	38,64	11	10	2,0115	45,34	39,55
	20	1,6867	37,99	49,35		20	1,7185	38,71	48,39
	30	1,4595	32,85	56,20		30	1,4688	33,06	55,92

<i>Prueba 5</i>					<i>Prueba 6</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,7695	17,24	77,01	3	10	0,7876	17,65	76,47
	20	0,4928	10,98	85,36		20	0,5348	11,93	84,09
	30	0,3501	7,75	89,67		30	0,3355	7,42	90,11
5	10	0,8747	19,62	73,84	5	10	0,8575	19,23	74,36
	20	0,6099	13,63	81,83		20	0,6272	14,02	81,31
	30	0,4606	10,25	86,33		30	0,4747	10,57	85,91
7	10	1,1766	26,45	64,73	7	10	1,1549	25,96	65,39
	20	0,9021	20,24	73,01		20	0,9229	20,71	72,39
	30	0,5878	13,13	82,49		30	0,6281	14,04	81,28
9	10	1,6040	36,12	51,84	9	10	1,6301	36,71	51,05
	20	1,2871	28,95	61,40		20	1,6554	37,14	50,48
	30	1,0581	23,77	68,31		30	1,0245	23,01	69,32
11	10	2,0062	45,22	39,71	11	10	2,0456	46,11	38,52
	20	1,7030	38,36	48,85		20	1,7335	39,05	47,93
	30	1,5059	33,9	54,80		30	1,4736	33,17	55,77

<i>Prueba 7</i>					<i>Prueba 8</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,7907	17,72	76,37	3	10	0,7576	16,97	77,37
	20	0,5176	11,54	84,61		20	0,5003	11,15	85,13
	30	0,3403	7,53	89,96		30	0,3129	6,91	90,79
5	10	0,8407	18,85	74,87	5	10	0,8712	19,54	73,95
	20	0,5878	13,13	82,49		20	0,5498	12,27	83,64
	30	0,4663	10,38	86,16		30	0,4968	11,07	85,24
7	10	1,1717	26,34	64,88	7	10	1,1642	26,17	65,11
	20	0,8968	20,12	73,17		20	0,9127	20,48	72,69
	30	0,6316	14,12	81,17		30	0,6170	13,79	81,61
9	10	1,6102	36,26	51,65	9	10	1,6447	37,04	50,61
	20	1,2783	28,75	61,67		20	1,3118	29,51	60,65
	30	1,0369	23,29	68,95		30	1,0316	23,17	69,11
11	10	2,0190	45,51	39,32	11	10	2,0389	45,96	38,72
	20	1,7242	38,84	48,21		20	1,6928	38,13	49,16
	30	1,4966	33,69	55,08		30	1,4692	33,07	55,91

<i>Prueba 9</i>					<i>Prueba 10</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,7642	17,12	77,17	3	10	0,7523	16,85	77,53
	20	0,5105	11,38	84,83		20	0,5339	11,91	84,12
	30	0,3288	7,27	90,31		30	0,3562	7,89	89,48
5	10	0,8919	20,01	73,32	5	10	0,8716	19,55	73,93
	20	0,6024	13,46	82,05		20	0,6153	13,75	81,67
	30	0,4871	10,85	85,53		30	0,4438	9,87	86,84
7	10	1,1934	26,83	64,23	7	10	1,2013	27,01	63,99
	30	0,9052	20,31	72,92		20	0,9300	20,87	72,17
	30	0,6157	13,76	81,65		30	0,6113	13,66	81,79
9	10	1,6155	36,38	51,49	9	10	1,6106	36,27	51,64
	20	1,2734	28,64	61,81		20	1,2959	29,15	61,13
	30	1,0237	22,99	69,35		30	1,0599	23,81	68,25
11	10	2,0323	45,81	38,92	11	10	2,0310	45,78	38,96
	20	1,7145	38,62	48,51		20	1,7012	38,32	48,91
	30	1,4811	33,34	55,55		30	1,4855	33,44	55,41

Tabla A2.7. Resultados generales de la remoción del amarillo titán al variar el pH,

<i>Prueba 1</i>					<i>Prueba 2</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3146	11,63	84,49	3	10	0,3089	11,45	84,73
	20	0,1310	5,82	92,24		20	0,1181	5,41	92,79
	30	0,0157	2,17	97,11		30	0,0223	2,38	96,83
5	10	0,3993	14,31	80,92	5	10	0,3870	13,92	81,44
	20	0,1762	7,25	90,33		20	0,1680	6,99	90,68
	30	0,0789	4,17	94,44		30	0,0662	3,77	94,97
7	10	0,4530	16,01	78,65	7	10	0,4603	16,24	78,35
	20	0,2312	8,99	88,01		20	0,2356	9,13	87,83
	30	0,1402	6,11	91,85		30	0,1361	5,98	92,03
9	10	0,9305	31,12	58,51	9	10	0,9232	30,89	58,81
	20	0,7526	25,49	66,01		20	0,7453	25,26	66,32
	30	0,5276	18,37	75,51		30	0,5481	19,02	74,64
11	10	1,5704	51,37	31,51	11	10	1,5214	49,82	33,57
	20	1,2332	40,7	45,73		20	1,1691	38,67	48,44
	30	0,9760	32,56	56,59		30	0,9403	31,43	58,09

<i>Prueba 3</i>					<i>Prueba 4</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3317	12,17	83,77	3	10	0,3260	11,99	84,01
	20	0,1361	5,98	92,03		20	0,1285	5,74	92,35
	30	0,0233	2,41	96,79		30	0,0122	2,06	97,25
5	10	0,3753	13,55	81,93	5	10	0,4154	14,82	80,24
	20	0,1961	7,88	89,49		20	0,1500	6,42	91,44
	30	0,0846	4,35	94,20		30	0,0773	4,12	94,51
7	10	0,4773	16,78	77,63	7	10	0,4698	16,54	77,95
	20	0,2426	9,35	87,53		20	0,2233	8,74	88,35
	30	0,1481	6,36	91,52		30	0,1623	6,81	90,92
9	10	0,9175	30,71	59,05	9	10	0,9280	31,04	58,61
	20	0,7583	25,67	65,77		20	0,7358	24,96	66,72
	30	0,5434	18,87	74,84		30	0,5456	18,94	74,75
11	10	1,5442	50,54	32,61	11	10	1,5214	49,82	33,57
	20	1,2651	41,71	44,39		20	1,2035	39,76	46,99
	30	0,9678	32,3	56,93		30	0,9074	30,39	59,48

<i>Prueba 5</i>					<i>Prueba 6</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3279	12,05	83,93	3	10	0,3181	11,74	84,35
	20	0,1114	5,20	93,07		20	0,1045	4,98	93,36
	30	0,0277	2,55	96,60		30	0,0100	1,99	97,35
5	10	0,4047	14,48	80,69	5	10	0,3920	14,08	81,23
	20	0,1926	7,77	89,64		20	0,1983	7,95	89,40
	30	0,0842	4,34	94,21		30	0,0738	4,01	94,65
7	10	0,4492	15,89	78,81	7	10	0,4644	16,37	78,17
	20	0,2429	9,36	87,52		20	0,2543	9,72	87,04
	30	0,1664	6,94	90,75		30	0,1500	6,42	91,44
9	10	0,9125	30,55	59,27	9	10	0,9213	30,83	58,89
	20	0,7507	25,43	66,09		20	0,7358	24,96	66,72
	30	0,5459	18,95	74,73		30	0,5478	19,01	74,65
11	10	1,5862	51,87	30,84	11	10	1,5341	50,22	33,04
	20	1,1931	39,43	47,43		20	1,2405	40,93	45,43
	30	0,9574	31,97	57,37		30	0,9090	30,44	59,41

<i>Prueba 7</i>					<i>Prueba 8</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3146	11,63	84,49	3	10	10	0,3080	11,42
	20	0,1102	5,16	93,12		20	20	0,0978	4,77
	30	0,0359	2,81	96,25		30	30	0,0400	2,94
5	10	0,3892	13,99	81,35	5	10	0,3961	14,21	81,05
	20	0,1914	7,73	89,69		20	0,1487	6,38	91,49
	30	0,0691	3,86	94,85		30	0,0842	4,34	94,21
7	10	0,4723	16,62	77,84	7	10	0,4679	16,48	78,03
	20	0,2359	9,14	87,81		20	0,2473	9,5	87,33
	30	0,1623	6,81	90,92		30	0,1566	6,63	91,16
9	10	0,9340	31,23	58,36	9	10	0,9207	30,81	58,92
	20	0,7545	25,55	65,93		20	0,7668	25,94	65,41
	30	0,5390	18,73	75,03		30	0,5273	18,36	75,52
11	10	1,5274	50,01	33,32	11	10	1,5141	49,59	33,88
	20	1,2497	41,22	45,04		20	1,2367	40,81	45,59
	30	0,9627	32,14	57,15		30	0,9318	31,16	58,45

<i>Prueba 9</i>					<i>Prueba 10</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3288	12,08	83,89	3	10	0,3045	11,31	84,92
	20	0,0950	4,68	93,76		20	0,0808	4,23	94,36
	30	0,0331	2,72	96,37		30	0,0062	1,87	97,51
5	10	0,4135	14,76	80,32	5	10	0,3718	13,44	82,08
	20	0,1787	7,33	90,23		20	0,1907	7,71	89,72
	30	0,1026	4,92	93,44		30	0,0628	3,66	95,12
7	10	0,4840	16,99	77,35	7	10	0,4647	16,38	78,16
	20	0,2640	10,03	86,63		20	0,2476	9,51	87,32
	30	0,1680	6,99	90,68		30	0,1383	6,05	91,93
9	10	0,9068	30,37	59,51	9	10	0,9002	30,16	59,79
	20	0,7409	25,12	66,51		20	0,7305	24,79	66,95
	30	0,5143	17,95	76,07		30	0,5225	18,21	75,72
11	10	1,5736	51,47	31,37	11	10	1,5375	50,33	32,89
	20	1,2481	41,17	45,11		20	1,2256	40,46	46,05
	30	0,9276	31,03	58,63		30	0,9112	30,51	59,32

Tabla A2.8. Resultados generales de la remoción del violeta de metilo al variar el pH,

<i>Prueba 1</i>					<i>Prueba 2</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3744	2,13	91,48	3	10	0,3879	2,22	91,12
	20	0,2108	1,04	95,84		20	0,2033	0,99	96,04
	30	0,0982	0,29	98,84		30	0,1012	0,31	98,76
5	10	0,6356	3,87	84,52	5	10	0,6176	3,75	85,00
	20	0,4074	2,35	90,60		20	0,3984	2,29	90,84
	30	0,1658	0,74	97,04		30	0,1763	0,81	96,76
7	10	0,9973	6,28	74,88	7	10	0,9763	6,14	75,44
	20	0,6536	3,99	84,04		20	0,7392	4,56	81,76
	30	0,2288	1,16	95,36		30	0,2078	1,02	95,92
9	10	1,9490	12,62	49,52	9	10	1,7718	11,44	54,24
	20	1,3351	8,53	65,88		20	1,3110	8,37	66,52
	30	1,1489	7,29	70,84		30	1,0869	6,88	72,49
11	10	2,6679	17,41	30,36	11	10	10	2,5869	16,87
	20	2,1441	13,92	44,32		20	20	1,9535	12,65
	30	1,6428	10,58	57,68		30	30	1,5227	9,78

<i>Prueba 3</i>					<i>Prueba 4</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3414	1,91	92,36	3	10	0,3669	2,08	91,68
	20	0,2288	1,16	95,36		20	0,2348	1,2	95,20
	30	0,0952	0,27	98,92		30	0,1072	0,35	98,60
5	10	0,6536	3,99	84,04	5	10	0,6581	4,02	83,92
	20	0,4089	2,36	90,56		20	0,4254	2,47	90,12
	30	0,1823	0,85	96,60		30	0,1643	0,73	97,08
7	10	1,0018	6,31	74,76	7	10	0,9958	6,27	74,92
	20	0,6986	4,29	82,84		20	0,7572	4,68	81,28
	30	0,1943	0,93	96,28		30	0,2003	0,97	96,12
9	10	1,8619	12,04	51,84	9	10	1,8184	11,75	53,00
	20	1,4266	9,14	63,44		20	1,4431	9,25	63,00
	30	1,1039	6,99	72,04		30	1,1925	7,58	69,68
11	10	2,6289	17,15	31,40	11	10	2,5163	16,4	34,40
	20	2,0780	13,48	46,08		20	1,9715	12,77	48,92
	30	1,6713	10,77	56,92		30	1,5542	9,99	60,04

<i>Prueba 5</i>					<i>Prueba 6</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,4059	2,34	90,64	3	10	0,3819	2,18	91,28
	20	0,2453	1,27	94,92		20	0,2213	1,11	95,56
	30	0,0967	0,28	98,88		30	0,1162	0,41	98,36
5	10	0,6266	3,81	84,76	5	10	0,6506	3,97	84,12
	20	0,4330	2,52	89,92		20	0,3759	2,14	91,44
	30	0,1793	0,83	96,68		30	0,1658	0,74	97,04
7	10	0,9988	6,29	74,84	7	10	0,9838	6,19	75,24
	20	0,7046	4,33	82,68		20	0,7302	4,50	82,00
	30	0,2243	1,13	95,48		30	0,2138	1,06	95,76
9	10	1,8019	11,64	53,44	9	10	1,8754	12,13	51,48
	20	1,5617	10,04	59,84		20	1,5377	9,88	60,48
	30	1,0859	6,87	72,52		30	1,1084	7,02	71,92
11	10	2,6184	17,08	31,68	11	10	2,6469	17,27	30,92
	20	1,9895	12,89	48,44		20	2,1021	13,64	45,44
	30	1,6473	10,61	57,56		30	1,5737	10,12	59,52

<i>Prueba 7</i>					<i>Prueba 8</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3579	2,02	91,92	3	10	0,3504	1,97	92,12
	20	0,2378	1,22	95,12		20	0,2033	0,99	96,04
	30	0,1087	0,36	98,56		30	0,0952	0,27	98,92
5	10	0,6776	4,15	83,40	5	10	0,6536	3,99	84,04
	20	0,4089	2,36	90,56		20	0,3879	2,22	91,12
	30	0,1673	0,75	97,00		30	0,1733	0,79	96,84
7	10	0,9898	6,23	75,08	7	10	1,0108	6,37	74,52
	20	0,7256	4,47	82,12		20	0,7467	4,61	81,56
	30	0,2033	0,99	96,04		30	0,2123	1,05	95,80
9	10	1,8529	11,98	52,08	9	10	1,8844	12,19	51,24
	20	1,4611	9,37	62,52		20	1,3996	8,96	64,16
	30	1,1459	7,27	70,92		30	1,0814	6,84	72,64
11	10	2,6634	17,38	30,48	11	10	2,5884	16,88	32,48
	20	2,0705	13,43	46,28		20	1,9685	12,75	49,00
	30	1,6097	10,36	58,56		30	1,5482	9,95	60,20

<i>Prueba 9</i>					<i>Prueba 10</i>				
pH	Tiempo (min)	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia	pH	Tiempo	Absorbancia	C,R* (mg/L)	% Eficiencia
3	10	0,3549	2	92,00	3	10	0,3984	2,29	90,84
	20	0,2168	1,08	95,68		20	0,2408	1,24	95,04
	30	0,1012	0,31	98,76		30	0,1102	0,37	98,52
5	10	0,6641	4,06	83,76	5	10	0,6506	3,97	84,12
	20	0,4074	2,35	90,60		20	0,4420	2,58	89,68
	30	0,1718	0,78	96,88		30	0,1853	0,87	96,52
7	10	0,9988	6,29	74,84	7	10	1,0183	6,42	74,32
	20	0,7211	4,44	82,24		20	0,7001	4,30	82,80
	30	0,2078	1,02	95,92		30	0,2288	1,16	95,36
9	10	1,8229	11,78	52,88	9	10	1,8484	11,95	52,20
	20	1,3741	8,79	64,84		20	1,5377	9,88	60,48
	30	1,0724	6,78	72,88		30	1,1234	7,12	71,52
11	10	2,7190	17,75	29,00	11	10	2,6154	17,06	31,76
	20	2,1051	13,66	45,36		20	2,5314	16,5	34,00
	30	1,5887	10,22	59,12		30	1,5422	9,91	60,36

DECLARACIÓN Y AUTORIZACIÓN

Yo, catalina Valeria Saltos Estrella, con C.I. 1725869612, autora del trabajo de graduación titulado “Síntesis de nanopartículas de hierro cerovalentes (FeNPs) usadas para la remoción de colorantes en agua”, previa la obtención del grado académico de **LICENCIADA EN CIENCIAS QUÍMICAS CON MENCIÓN EN QUÍMICA ANALÍTICA** en la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales.

1. Declaro tener pleno conocimiento de la obligación que tiene la Pontificia Universidad Católica del Ecuador, de conformidad con el artículo 144 de la Ley Orgánica de Educación Superior, de entregar a la SENESCYT en formato digital una copia del referido trabajo de graduación para que sea integrado al Sistema Nacional de Información de la Educación Superior del Ecuador para su difusión pública respetando los derechos de autor.
2. Autorizo a la Pontificia Universidad Católica del Ecuador a difundir a través del sitio web de la Biblioteca de la PUCE el referido trabajo de graduación, respetando las políticas de propiedad intelectual de la Universidad

Quito, 22 de diciembre del 2016

Catalina Valeria Saltos Estrella

C.I. 1725869612