



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

**APLICACIÓN DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS DE
HIERRO (MAGNETITA) EN LA ADSORCIÓN DE ARSÉNICO EN
AGUAS CONTAMINADAS**

Trabajo de Titulación

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar el grado académico de:

INGENIERA QUÍMICA

AUTORA: KAREN ELIZABETH MACÍAS ERAZO

DIRECTORA: Ing. MABEL MARIELA PARADA RIVERA, MSc.

Riobamba – Ecuador

2022

© 2022, Karen Elizabeth Macías Erazo

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho del Autor.

Yo, KAREN ELIZABETH MACÍAS ERAZO, declaro que el presente trabajo de titulación es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autora asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este trabajo de titulación; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 28 de enero de 2022

Karen Elizabeth Macías Erazo

060427295-5

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

El Tribunal del Trabajo de Titulación certifica que: El trabajo de titulación; Tipo: Proyecto de Investigación, **APLICACIÓN DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS DE HIERRO (MAGNETITA) EN LA ADSORCIÓN DE ARSÉNICO EN AGUAS CONTAMINADAS**, realizado por la señorita: **KAREN ELIZABETH MACÍAS ERAZO**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Trabajo de Titulación, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Dr. Robert Alcides Cazar Ramírez, Ph.D. PRESIDENTE DEL TRIBUNAL	_____	2022-01-28
Ing. Mabel Mariela Parada Rivera, MSc. DIRECTOR DE TRABAJO DE TITULACIÓN	_____	2022-01-28
Biof. Rosa Maricela Ormaza Hugo, MSc. MIEMBRO DEL TRIBUNAL	_____	2022-01-28

DEDICATORIA

A Dios que me permitió existir, a mi familia que me educó toda la vida, me brindó amor y me ha apoyado para culminar mis estudios, a mis profesores y compañeros que compartieron conmigo sus conocimientos a lo largo de toda la carrera.

Karen

AGRADECIMIENTO

A Dios por bendecirme cada día.

A mi familia, especialmente a mi mamá por apoyarme siempre.

A Alex por estar a mi lado en las buenas y malas.

A la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, mis profesores y amigos que me brindaron la oportunidad de aprender y crecer como persona.

Karen

TABLA DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	ix
ÍNDICE DE FIGURAS.....	x
ÍNDICE DE GRÁFICOS.....	xi
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xii
RESUMEN.....	xiii
SUMMARY.....	xiv
INTRODUCCIÓN.....	1

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL.....	2
1.1. Planteamiento del problema.....	2
1.2. Justificación.....	4
1.3. Objetivos de la investigación.....	5
1.3.1. <i>Objetivo General</i>	5
1.3.2. <i>Objetivos Específicos</i>	5
1.4. Hipótesis.....	5
1.5. Antecedentes de la investigación.....	6
1.6. Marco teórico.....	6
1.6.1. <i>Química del As</i>	6
1.6.2. <i>Contaminación del agua por As</i>	7
1.6.3. <i>Consecuencias de la contaminación por As en la salud</i>	8
1.6.3.1. <i>Efectos cancerígenos</i>	8
1.6.3.2. <i>Diabetes</i>	9
1.6.3.3. <i>Efectos inmunes</i>	9
1.6.3.4. <i>Otros efectos</i>	9
1.6.4. <i>Nanotecnología</i>	10
1.6.4.1. <i>Nanopartículas magnéticas de hierro (Fe NPMs) Magnetita</i>	10
1.6.4.2. <i>Métodos de síntesis de la magnetita</i>	12
1.6.4.3. <i>Ferrofluido</i>	14
1.6.4.4. <i>Técnicas de caracterización óptica de nanopartículas</i>	14
1.6.5. <i>Técnicas para remoción de As</i>	16
1.6.5.1. <i>Oxidación</i>	17
1.6.5.2. <i>Adsorción</i>	18

1.6.6.	<i>Localización y descripción del lugar (Parroquia Toacaso Latacunga)</i>	19
--------	---	----

CAPÍTULO II

2.	MARCO METODOLÓGICO	21
2.1.	Tipo y Diseño de Investigación	21
2.1.1.	<i>Método Deductivo</i>	21
2.1.2.	<i>Método Inductivo</i>	21
2.1.3.	<i>Método Experimental</i>	21
2.2.	Enfoque de la investigación	22
2.3.	Identificación de Variables	22
2.3.1.	<i>Variables Independientes</i>	22
2.3.2.	<i>Variables Dependientes</i>	22
2.4.	Operacionalización de Variables	23
2.4.1.	<i>Operacionalización de Variables</i>	23
2.4.2.	<i>Matriz de Consistencia</i>	24
2.5.	Diseño de la Investigación	26
2.5.1.	<i>Diseño del tratamiento experimental</i>	26
2.6.	Unidad de análisis	26
2.7.	Población de estudio	26
2.8.	Tamaño de la muestra	26
2.9.	Selección de la muestra	26
2.10.	Localización de la investigación	27
2.11.	Técnicas de recolección de datos	27
2.11.1.	<i>Reactivos</i>	27
2.11.2.	<i>Equipos y Materiales</i>	29
2.11.3.	<i>Metodología Estadística</i>	32
2.11.3.1.	<i>Hipótesis Nula</i>	32
2.11.3.2.	<i>Hipótesis Alternativa</i>	32
2.11.4.	<i>Metodología Experimental</i>	32
2.11.4.1.	<i>Esterilización de Materiales</i>	32
2.11.4.2.	<i>Síntesis de NPMs (magnetita)</i>	33
2.11.4.3.	<i>Purificación de NPMs (magnetita)</i>	34
2.11.4.4.	<i>Caracterización de NPMs (magnetita)</i>	35
2.11.4.5.	<i>Análisis de aguas contaminadas</i>	36
2.11.4.6.	<i>Evaluación de la adsorción de As</i>	37

CAPÍTULO III

3.	MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS.....	40
3.1.	Resultados de la síntesis de NPMs (magnetita)	40
3.1.1.	<i>Espectroscopía Infrarroja (IR)</i>	40
3.1.2.	<i>Microscopía electrónica de barrido (SEM)</i>	41
3.1.3.	<i>Microscopía de fuerza atómica (AFM)</i>	41
3.2.	Evaluación de la adsorción de As	43
3.3.	Análisis Estadístico	50
	CONCLUSIONES.....	53
	RECOMENDACIONES.....	54
	BIBLIOGRAFÍA	
	ANEXOS	

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-1:	Propiedades físicas del As	7
Tabla 2-1:	Datos de estructura cristalina de Magnetita.....	11
Tabla 3-1:	Evaluación comparativa de agentes oxidantes.	17
Tabla 4-1:	Unidades geomorfológicas	20
Tabla 1-2:	Operacionalización de variables para la adsorción de As en agua con magnetita	23
Tabla 2-2:	Matriz de Consistencia, aspectos generales y específicos de la investigación	24
Tabla 3-2:	Reactivos utilizados en la síntesis y purificación de las NPMs (magnetita)	27
Tabla 4-2:	Equipos utilizados en la síntesis y caracterización de NPMs (magnetita), y adsorción de As.....	29
Tabla 5-2:	Materiales utilizados en la síntesis y caracterización de NPMs (magnetita), y adsorción de As.....	31
Tabla 6-2:	Ubicación de los puntos de recolección de las muestras de agua contaminada ..	36
Tabla 1-3:	Adsorción de As con magnetita (0,5 ml/L)	43
Tabla 2-3:	Porcentajes de adsorción de As para las repeticiones del tratamiento 1.....	44
Tabla 3-3:	Adsorción de As con magnetita (1 ml/L)	45
Tabla 4-3:	Porcentajes de adsorción de As para las repeticiones del tratamiento 2.....	46
Tabla 5-3:	Adsorción de As con magnetita (2 ml/L)	46
Tabla 6-3:	Porcentajes de adsorción de As para las repeticiones del tratamiento 3.....	47
Tabla 7-3:	Porcentajes de adsorción de As de los tres tratamientos realizados	48
Tabla 8-3:	Porcentajes de adsorción de As para los tres tratamientos realizados y sus repeticiones	50
Tabla 9-3:	Pruebas de Normalidad.....	51
Tabla 10-3:	Resumen de procesamiento de casos.....	51
Tabla 11-3:	Prueba de homogeneidad de varianzas	52
Tabla 12-3:	Análisis ANOVA.....	52

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1.	Estructura de espinela inversa de Fe_3O_4	11
Figura 2-1.	Esquema de la plantilla de copolímero mesoporoso.	13
Figura 3-1.	Diagrama esquemático de IR	15
Figura 4-1.	Componentes AFM	16
Figura 5-1.	Toacaso	20
Figura 1-2.	Síntesis de NPMs (magnetita)	33
Figura 2-2.	Proceso de purificación de las NPMs (magnetita)	34
Figura 3-2.	Recolección de la muestra de aguas contaminadas en la parroquia de Toacaso .	37
Figura 4-2.	Adsorción de As en agua contaminada con NPMs (magnetita)	38
Figura 1-3.	Espectro infrarrojo de las NPMs (magnetita)	40
Figura 2-3.	Imágenes SEM con aumentos 110X y 1000X de las NPMs (magnetita)	41
Figura 3-3.	Imágenes AFM de las NPMs (magnetita)	42
Figura 4-3.	Tamaño de una partícula de magnetita tomada al azar	43

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1-2.	Diseño experimental de la investigación	26
Gráfico 1-3.	Distribución de tamaño de las NPMs (magnetita)	42
Gráfico 2-3.	Cambio de concentración de As respecto al tiempo de contacto con magnetita (T1).....	44
Gráfico 3-3.	Cambio de concentración de As respecto al tiempo de contacto con magnetita (T2).....	45
Gráfico 4-3.	Cambio de concentración de As respecto al tiempo de contacto con magnetita (T3).....	47
Gráfico 5-3.	Comparación de los porcentajes de adsorción de As de los 3 tratamientos realizados: T1, T2 y T3	49

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A. ANÁLISIS EN IMAGEJ DE LOS RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE MAGNETITA CON MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

ANEXO B. ANÁLISIS EN IMAGEJ DE LOS RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE MAGNETITA CON MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA

RESUMEN

El objetivo de esta investigación fue aplicar nanopartículas magnéticas (NPMs) de hierro (magnetita) en la adsorción de arsénico (As) en aguas contaminadas; para esto se realizó la síntesis de magnetita utilizando el método de coprecipitación química, se caracterizó la misma mediante métodos ópticos para obtener datos de tamaño y composición, las NPMs se almacenaron en solución, es decir, se elaboró un ferrofluido con nanopartículas de un tamaño promedio de 36 nm. La determinación del nivel de adsorción de As que presentan las NPMs se llevó a cabo mediante análisis con espectrofotometría de absorción atómica de la cantidad de As presente en el agua antes y después de realizar los tratamientos con las NPMs, se realizaron tres tratamientos utilizando tres cantidades diferentes de ferrofluido (0,5 ml/L, 1 ml/L y 2 ml/L). Se analizaron diez tiempos de contacto en cada tratamiento, siendo el tiempo de mayor adsorción a los 15, 25 y 5 min respectivamente. Se realizó un análisis estadístico ANOVA, los resultados determinaron que la cantidad de NPMs (magnetita) utilizada en cada tratamiento influye en el porcentaje de adsorción de As alcanzado en el experimento. Se concluye que el mejor resultado de la aplicación de las NPMs en la adsorción de As en aguas contaminadas se presentó en el Tratamiento 1, donde se utilizó 0,5 ml/L de ferrofluido y se logró un porcentaje de adsorción de 36%, con un tiempo de contacto de 15 min. Se recomienda analizar las variables que interfirieron en esta investigación para mejorar el porcentaje de adsorción de las NPMs de hierro sintetizadas.

Palabras clave: <NANOTECNOLOGÍA>, <NANOPARTÍCULAS>, <MAGNETITA>, <SÍNTESIS>, <COPRECIPITACIÓN QUÍMICA>, <ADSORCIÓN>, <ARSÉNICO>, <FERROFLUIDO>.

LEONARDO
FABIO MEDINA
NUSTE

Firmado digitalmente
por LEONARDO FABIO
MEDINA NUSTE
Fecha: 2022.02.14
11:11:33 -05'00'



0262-DBRA-UTP-2022

SUMMARY

The objective of this research consisted of applying magnetic nanoparticles (NPMs) of iron (magnetite) in the adsorption of arsenic (As) in contaminated water. For this purpose, magnetite was synthesized using the chemical coprecipitation method, characterized by optical methods to obtain size and composition data; the NPMs were stored in solution, that is, a ferrofluid with nanoparticles of an average size of 36 nm was elaborated. The determination of the As adsorption level of the NPMs was carried out by atomic absorption spectrophotometry analysis of the amount of As present in the water before and after the treatments with the NPMs. Three treatments were carried out using three different amounts of ferrofluid (0.5 ml/L, 1 ml/L and 2 ml/L). Ten contact times were analyzed in each treatment, with the highest adsorption time at 15, 25 and 5 min, respectively. An ANOVA statistical analysis was performed; the results determined that the amount of NPMs (magnetite) used in each treatment exerts an influence on the percentage of As adsorption achieved in the experiment. It is concluded that the best result of the application of NPMs in the As adsorption in contaminated water was present in Treatment 1, where 0.5 ml/L of ferrofluid was used and an adsorption percentage of 36% was achieved, with a contact time of 15 min. It is recommended to analyze the variables that interfered in this research to improve the adsorption percentage of the synthesized iron NPMs.

Keywords: <NANOTECHNOLOGY>, <NANOPARTICLES>, <MAGNETITE>, <SYNTHESIS>, <CHEMICAL COPRECIPITATION>, <ADSORPTION>, <ARSENIC>, <FERROFLUID>.

ANA
GABRIELA
REINOSO
ESPINOSA



Firmado digitalmente por ANA
GABRIELA REINOSO ESPINOSA
Fecha: 2022.02.22 12:00:23 -0500

INTRODUCCIÓN

La contaminación de recursos en nuestro planeta constituye un problema para todos los seres vivos, principalmente la existente en el agua ya sea de consumo, de riego o necesaria para cualquier actividad que realicemos en nuestra vida. Algunos de los contaminantes encontrados en el agua son los metales pesados, extremadamente tóxicos y que causan problemas de salud; entre ellos encontramos al arsénico (As) (Cabrera et al., 2013, p.128).

El arsénico presente en el agua en cantidades mayores a las permitidas por las normas ambientales, es causante de enfermedades como: varios tipos de cáncer, anemia, diabetes, padecimientos cardiovasculares y defectos inmunológicos de procesos reproductivos; dadas las graves consecuencias que acarrea este elemento, se buscan tecnologías para su eliminación o disminución a niveles admisibles para que no cause daño alguno al ser ingerido (Sepúlveda, 2009, pp. 240-241). Para la remoción de As existen varios procesos con interacciones a nivel superficial como: sedimentación, precipitación, coagulación y filtración, ósmosis inversa, intercambio iónico y adsorción; para elegir una de estas técnicas se debe tener en cuenta las propiedades del agua que se va a tratar, la cantidad, el propósito de utilización del agua, el nivel de concentración de As, el costo y la eficiencia de cada proceso (Rangel et al., 2015, p. 108).

Entre todas las aplicaciones de la nanotecnología, es de gran interés la rehabilitación de aguas contaminadas, ya que las nanopartículas de óxido contienen una alta capacidad de adsorción de algunos contaminantes importantes del agua como, el arsénico (As). El As ya sea por vía terrestre o acuática ingresa a los ecosistemas como oxianiones inorgánicos de As (III) y As (V), cuya distribución en el medio ambiente está controlado por su movilidad relativa a través de procesos, como reacciones climáticas, actividad biológica, emisiones volcánicas y fuentes antropogénicas. A diferencia de otros óxidos de Fe, la magnetita Fe_3O_4 contiene únicamente Fe (II) y Fe (III) en su estructura haciéndolo un mineral magnético estable en diversos suelos y ambientes. El Fe_3O_4 natural puede ser formado a través de procesos abióticos y bióticos. El Fe_3O_4 sintético se ha utilizado con éxito como un adsorbente eficiente para As que permite separación rápida de la solución mediante la aplicación de campos magnéticos externos bajos (Di Iorio et al., 2019, pp.3-4).

Para el presente estudio se plantea generar la aplicación de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) en la adsorción de As en aguas contaminadas mediante la síntesis magnetita mantenida durante experimentos, determinando la eficiencia de adsorción de As en soluciones acuosas.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

1.1. Planteamiento del problema

La contaminación del agua es un problema importante en la sociedad actual; se produce principalmente por vertimiento de aguas servidas, basura, minería y productos químicos utilizados en las empresas para producción. El ciclo natural del agua resulta insuficiente para depurar la contaminación, por lo que se necesitan diversos tratamientos para lograrlo como filtración, precipitación, ósmosis inversa, entre otras, que en su mayoría son de alto costo y tienen problemas secundarios como la generación de lodos (Chulluncuy, 2011, p.154; García y Luciano, 2013, p.4; Monárrez et al., 2014, p.1).

La presencia de varios iones metálicos tóxicos en el agua como: Hg (II), Pb (II), Cr (III), Cr (VI), Ni (II), Co (II), Cu (II), Cd (II), Ag (I), As (V) y As (III), constituyen una amenaza medioambiental y de salud para las personas. La adsorción es una técnica común pero fiable para eliminar estos iones y organismos patógenos del agua; la misma que utiliza nanopartículas y procesos de nanofiltración para este fin. Una de las nanopartículas que ha despertado un interés especial por sus propiedades magnéticas es la magnetita (Fe_3O_4); cuyos electrones pueden saltar entre los iones Fe^{2+} y Fe^{3+} a temperatura ambiente, lo que convierte a este compuesto en una clase importante de material semimetálico (García y Luciano, 2013, p.63; Sun y Zeng, 2002, p.8204).

Las tecnologías que tienen como base la utilización de nanopartículas magnéticas de hierro (NPMs) o magnetita en el tratamiento de aguas residuales se encuentran en una fase de desarrollo; se consideran nanoadsorbentes de alta eficiencia y efectividad, y su viabilidad económica es buena. Una de las ventajas que presenta este nanomaterial es su modificación superficial, la misma que se realiza con diferentes agentes de recubrimiento orgánicos o inorgánicos para permitir la eliminación de metales pesados (García y Luciano, 2013, p.71).

Al hablar de las NPMs, una de las más utilizadas para los procesos de adsorción de As, es la magnetita debido a sus propiedades como: elevada área superficial específica, alta reactividad, sensibilidad óptica respecto a cambios en tamaño y forma, afinidad hacia los metales pesados en términos de alta capacidad y selectividad; además es un material superparamagnético que es una característica relevante para los procesos de recolección del material. La magnetita favorece la operación unitaria de adsorción que aprovecha específicamente el área superficial que ofrecen los nanomateriales para tener numerosos sitios de adsorción asociados y mecanismos de reacción (Marimon, 2018, pp. 5-7).

En nuestro país se han identificado zonas en las que existe As presente en aguas contaminadas, sobre todo en la ciudad de Latacunga; específicamente en las parroquias ubicadas al norte de la

ciudad. Se menciona y se ha hecho un estudio previo en la parroquia de Toacaso, en la que los niveles de As presente tanto en aguas de consumo como en aguas de riego son mayores al límite máximo señalado en las normas INEN y TULSMA; se presume que esta contaminación en parte es por la cercanía a los Ilinizas y también causada por la gran cantidad de pesticidas que se utilizan para la agricultura que se practica en esta zona (Imbago y Oña, 2019, pp. 5-6; Maisanche, 2019).

1.2. Justificación

La utilización de nanopartículas magnéticas (NPMs) de hierro (magnetita) representan una alternativa de bajo costo para el tratamiento de aguas residuales industriales, cuando estas contienen residuos de metales pesados que resultan tóxicos en concentraciones superiores a las permitidas por las normas medioambientales (Carrillo et al., 2014, p.4).

Las NPMs se utilizan en el proceso de adsorción para eliminar los contaminantes metálicos del agua como: arsénico, cromo, mercurio, cobalto, plomo, cobre, entre otros; mediante la aplicación de campos magnéticos externos; sin embargo, son susceptibles a la oxidación del aire o al ser agregadas a sistemas acuosos por lo que se puede estabilizarlas mediante la modificación de su superficie. De igual manera, es importante controlar otras características como el tamaño y la polidispersidad debido a que de estas dependen en mayor proporción las propiedades de los nanocristales que se obtienen. La síntesis de magnetita se puede realizar mediante varios métodos, el más utilizado debido a su simplicidad y eficiencia es el de co-precipitación química, el cual produce las nanopartículas a partir de una mezcla envejecida de sales ferrosas y férricas en medio acuoso. El tamaño y forma de las NPMs a obtener se puede controlar mediante la variación de pH, fuerza iónica, temperatura, naturaleza de las sales, y la utilización de surfactantes (García y Luciano, 2013, pp.64-65).

En un experimento realizado anteriormente en la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo (ESPOCH) se logró obtener las NPMs mediante la utilización de este método, sin embargo, el tamaño de partícula obtenido no resultó homogéneo y oscila entre los 24 y 45 nm (Vera, 2018, p.77). En base a lo descrito y tomando en cuenta las líneas y programas de investigación actuales en la carrera de Ingeniería Química que se relacionan con el tema del trabajo de integración curricular que son: Manejo sustentable de los recursos naturales (Ingeniería y Tecnologías Verdes) y Procesos tecnológicos, artesanales e industriales (Ingeniería y Tecnología de Materiales), se justifica la realización del presente trabajo con la finalidad de poder aplicar las nanopartículas de magnetita al tratamiento de aguas residuales, específicamente en la adsorción de arsénico.

1.3. Objetivos de la investigación

1.3.1. Objetivo General

Aplicar nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) en la adsorción de arsénico en aguas contaminadas

1.3.2. Objetivos Específicos

- Sintetizar en laboratorio las NPMs (magnetita) por el método de co-precipitación química
- Caracterizar las NPMs mediante métodos ópticos
- Caracterizar las aguas contaminadas para determinar el nivel de arsénico presente
- Determinar el nivel de adsorción de arsénico que presentan las NPMs
- Caracterizar las aguas tratadas mediante la adsorción de arsénico

1.4. Hipótesis

Hipótesis General

La aplicación de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) en diferentes cantidades y tiempos de contacto permitirá realizar la adsorción de arsénico presente en aguas contaminadas

Hipótesis Específicas

H1: Se sintetizarán en laboratorio las NPMs magnetita utilizando el método de co-precipitación química

H2: Las características físico-químicas de las NPMs se determinarán mediante la aplicación de métodos ópticos

H3: Se debe conocer el nivel de arsénico presente en aguas contaminadas para determinar la adsorción del mismo

H4: El nivel de arsénico presente en el agua disminuirá después del tratamiento de adsorción con magnetita

1.5. Antecedentes de la investigación

Varios experimentos de adsorción de arsénico con magnetita han sido realizados, en algunos casos sintetizando magnetita con el método de co-precipitación y en otros con métodos diferentes, pero en todos se han obtenido resultados favorables que se detallan a continuación.

La magnetita de tamaño natural ha comprobado una capacidad de adsorción de As de 0,992 $\mu\text{g/g}$, mientras que la magnetita de tamaño nanométrico en este caso de 12 nm, logró una capacidad de adsorción de 243 $\mu\text{g/g}$ del mismo metal, lo que evidencia el conocimiento de que la capacidad de adsorción de As con NPMs es posible y se incrementa con tamaños de partícula homogéneos y pequeños, aproximados a los 10 nm (Acuña, A et al., 2016, p.31; Mejia 2018, p.8).

En un estudio realizado en México en el año 2014 se sintetizó magnetita por depósito químico de vapor asistido por aerosol (AACVD), y se utilizó para la remoción de As logrando una eficiencia de eliminación del 95% para As (V) y 75% para As (III) en 15 minutos de tiempo de contacto, en este estudio se da un proceso de adsorción física o fisorción; lo que permite reutilizar la magnetita para repetir el procedimiento (Monárrez et al., 2014, pp. 1-2).

En otro estudio realizado en México se utilizaron muestras de residuos formadas por diferentes especies de hierro, entre las cuales se encontraba la magnetita como un componente principal, el tamaño de partículas fue de 44 μm y la concentración de As en el agua de 1,17 mg/L, la adsorción se dio en un 80%; dando un buen resultado considerando la dimensión del tamaño de partículas y que éstas eran residuos (Carrillo et al., 2014, pp. 1-2).

La síntesis de magnetita por el método de co-precipitación se llevó a cabo en un estudio, en el cual se obtuvo mejoras en el rendimiento de la reacción, disminución del tamaño de partículas y una distribución de tamaños estrecha, aumentando la velocidad de agitación y el tiempo de reacción, se obtuvieron nanopartículas de 7nm de diámetro promedio; y se indicó que las mismas serían posteriormente utilizadas en la remoción de metales pesados de aguas contaminadas (Alvear et al., 2017, pp. 2-6).

1.6. Marco teórico

1.6.1. Química del As

Antiguamente al As se lo conocía en su forma de sulfuros, los seres humanos han estado usando As desde la antigüedad tanto como veneno como curativo. También se ha utilizado en pirotecnia, metalurgia, guerra y pigmentación, y para decoración. Uno de los óxidos de As más populares (trióxido de As) es un polvo blanco insípido e inodoro utilizado en el pasado como agente de guerra química; sin embargo, el acetoarsenato de cobre de color verde se usaba tradicionalmente en papeles pintados como pigmento.

El As dentro de la tabla periódica se encuentra en el puesto 33, siendo un miembro de la familia del nitrógeno. El isótopo de As más estable y no radiactivo es el arsénico 75 (^{75}As) con 33 protones y 42 neutrones dentro del núcleo rodeado por 33 electrones en diferentes capas de energía. La oxidación y la reducción del As dependen principalmente del potencial redox y las condiciones del pH. En los cuerpos de agua naturales, el As existe predominantemente como oxianiones de arsenito trivalente (As^{III}) o arseniato pentavalente (As^{V}). En condiciones oxidantes, predomina la forma pentavalente del As y la existencia de oxianiones depende del pH, a un pH inferior a 6,9, H_2AsO_4 , el As se reduce en las condiciones del agua subterránea, mientras que el As pentavalente prevalece en condiciones oxidantes del agua subterránea (Flora, 2015, p.5).

Tabla 1-1: Propiedades físicas del As

Propiedad	Valor	Unidad
Punto de fusión	814	°C
Punto de ebullición	615	°C
Calor específico	0.33	J/g °K
Energía de la primera ionización	947	KJ/mol
Energía de la segunda ionización	1798	KJ/mol
Energía de la tercera ionización	2736	KJ/mol
Entalpía de atomización	301.3	KJ/mol
Entalpía de fusión	24.44	KJ/mol
Entalpía de vaporización	34.76	KJ/mol
Conductividad eléctrica	0.0345	mS/cm Ω
Conductividad térmica	0.502	W/cm°K

Fuente: Flora, 2015, p.6.

1.6.2. Contaminación del agua por As

La contaminación por As en diferentes partes del mundo puede atribuirse a fuentes naturales o antropogénicas y tiene efectos adversos sobre la salud humana y el ecosistema. La ingestión sostenida y prolongada, incluso a un nivel muy bajo, puede provocar enfermedades graves relacionadas con el As. La fuerte evidencia epidemiológica de cáncer causado por el As ha obligado a la Organización Mundial de la Salud (OMS) a reducir el límite máximo permisible de contaminación de la absorción de iones de As en las aguas subterráneas a 0,01 mg/L (Selvam et al, 2019, p.323).

Históricamente, el As se ha utilizado en fertilizantes y medicamentos, y como conservante de la madera; sin embargo, la exposición a él con el tiempo puede provocar enfermedades de la piel, procesos bioquímicos deteriorados y varios tipos de cáncer. Bangladesh y Bengala Occidental en la India son las regiones más afectadas en términos de niveles de As en los cuerpos de agua y la magnitud de los problemas de salud resultantes. Para prevenir la contaminación por As, es

esencial comprender las interacciones geoquímicas del As con su medio ambiente. El mecanismo de liberación y movilidad de As y su proceso de atenuación natural son los factores clave para dilucidar el riesgo de contaminación por As y diseñar e implementar tecnologías de tratamiento y remediación seguras y efectivas.

El agua potable y los suelos contaminados son los principales medios por los que el As ingresa en la cadena alimentaria. La mayoría de los compuestos de As son fácilmente solubles en agua y, por lo tanto, pueden ingresar a cuerpos de agua como ríos, lagos y estanques, y por escorrentía superficial (Flora, 2015, p.2).

1.6.3. Consecuencias de la contaminación por As en la salud

Estar expuesto al As es un problema de salud pública ocupacional y ambiental en todo el mundo. El As afecta múltiples sistemas biológicos y causa cáncer en la piel, pulmón, vejiga y otros tejidos. También se asocia con efectos no cancerosos sobre la salud, como lesiones cutáneas, enfermedades cardiovasculares, diabetes, efectos pulmonares, deterioro neurológico y efectos tóxicos para el desarrollo y la reproducción. El As inorgánico se metaboliza a compuestos de As mono y dimetilado antes de su excreción en la orina. Durante el metabolismo del As inorgánico, trivalente mono y dimetilado se producen arsenicales, que son más tóxicos que las formas pentavalentes (Ramasamy y Lee, 2015, p.99).

1.6.3.1. Efectos cancerígenos

El papel carcinogénico de los compuestos de As fue observado por primera vez hace más de 200 años por J. Hutchinson cuando los pacientes tratados con arsenicales desarrollaron una cantidad inusual de tumores de piel. La evidencia posterior de pacientes tratados con arsenicales presentaba cánceres en tejidos internos (por ejemplo, pulmón, vejiga). La evidencia de los estudios de exposición ocupacional en trabajadores expuestos al As en las industrias mineras y de fundición también indicó cánceres en los tejidos respiratorios. En la década de 1980, la evidencia de varios estudios de exposición ambiental en los que las poblaciones estuvieron expuestas al As del agua potable durante muchos años reveló un aumento de la mortalidad por cánceres en múltiples sitios de tejidos (Ramasamy y Lee, 2015, p.100).

Alguna evidencia sugiere que la exposición crónica a As inorgánico produce tumores pulmonares en ratones y cada vez hay más evidencia de que la formación de tumores ocurre en ratones tras la exposición a corto plazo a As durante períodos críticos como la gestación. Por ejemplo, se ha demostrado que la exposición en el útero al As solo durante la gestación produce tumores en el hígado, los pulmones, la glándula suprarrenal y otros tejidos de la descendencia después de 2 años (Soffritti et al., 2006, p.580).

1.6.3.2. Diabetes

Un estudio de toxicología llevó a cabo una revisión exhaustiva de la evidencia epidemiológica y animal sobre el As y la diabetes. La revisión encontró que los datos disponibles en humanos proporcionan evidencia limitada o suficiente para una asociación entre el As y la diabetes en poblaciones con niveles de exposición relativamente altos en el agua potable (≥ 150 ppb), pero evidencia insuficiente para niveles de exposición más bajos en el agua potable (< 150 ppb). Los hallazgos de la literatura animal que investiga el vínculo entre el As y la diabetes son en su mayoría inconclusos. Sin embargo, algunos estudios en humanos que han caracterizado más completamente las exposiciones y los resultados apoyan una asociación entre la exposición moderada al As y la diabetes (Coronado et al., 2007, p.45).

1.6.3.3. Efectos inmunes

Los estudios epidemiológicos, en animales e in vitro apoyan una asociación entre la exposición al As y la supresión del sistema inmunológico. La evidencia sugiere que la exposición materna al As afecta el peso del timo y aumenta la incidencia de infecciones respiratorias en los bebés. Se ha demostrado en humanos una asociación positiva entre la exposición al As y los niveles de citoquinas proinflamatorias. Niveles elevados de marcadores autoinmunes (anticuerpos antinucleares, anti-ADN de doble hebra) en el suero de personas expuestas a As en Bengala Occidental / India sugieren que el As en niveles moderados puede inducir enfermedades autoinmunes como la artritis reumatoide (Ramasamy y Lee, 2015, p.8).

1.6.3.4. Otros efectos

Las personas que están expuestas al As presentan daño hepático. El aumento de los niveles de enzimas hepáticas, como los de la fosfatasa alcalina sérica, la aspartato transaminasa y la alanina transaminasa, se asociaron con un aumento de los niveles de As en el agua potable en Bangladesh. Se encontró un aumento similar en las enzimas hepáticas y niveles elevados de bilirrubina en personas que vivían en áreas contaminadas con As en comparación con las personas en áreas no expuestas en Bengala Occidental / India. La intoxicación por As aguda y crónica puede provocar anemia, leucopenia y trombocitopenia. Se ha observado una relación lineal entre la concentración total de porfirina urinaria y el As urinario en un número limitado de cohortes humanas (Nerenberg et al., 2018, p.102).

1.6.4. Nanotecnología

La nanotecnología se considera clave en el siglo XXI, sus promesas han sido evaluadas por diversas comunidades científicas. Al reunirse en la nanoescala, varias disciplinas, desde la física, pasando por la química y la biología, desde la ingeniería hasta la medicina, contribuyen sinérgicamente a la base de conocimientos recién creada y a la tecnología resultante.

La nanotecnología comprende las aplicaciones emergentes de la nanociencia. La nanociencia se ocupa de sistemas funcionales basados en el uso de subunidades con propiedades específicas dependientes del tamaño o en subunidades funcionalizadas individuales o combinadas. Es por esto que la nanotecnología está definitivamente ligada a nuevas funciones que pueden ser utilizadas como medios para alcanzar fines establecidos o para alcanzar fines que solo pueden establecerse con los nuevos sistemas funcionales a mano (Brune et al., 2010, p.25).

1.6.4.1. Nanopartículas magnéticas de hierro (Fe NPMs) Magnetita

- Propiedades y composición de la magnetita

La magnetita es una forma mineral ferromagnética de óxido de hierro (II, III) con la fórmula química Fe_3O_4 , uno de varios óxidos de hierro y un miembro del grupo de la espinela ($MgAl_2O_4$). Es el único mineral que exhibe un fuerte magnetismo, mientras que otros, como ilmenita ($FeTiO_3$) y hematita (Fe_2O_3), tienen propiedades magnéticas débiles. La mayor parte de la magnetita natural se encuentra en granos muy pequeños. Un trozo de magnetita cristalizada se llama piedra imán, que fue la forma más antigua de la brújula de los marineros (Majewski y Thierry, 2007, p.204).

Pequeños granos de este material se encuentran en casi todas las rocas cristalinas, así como muchas rocas sedimentarias. Con un contenido de hierro de aproximadamente 70% en peso. La magnetita es una fuente valiosa de mineral de hierro y, en consecuencia, se explotó para la producción de hierro metálico desde la antigüedad. Su dureza mineral es de 5,5 a 6,5, tiene una densidad de $5,2 \text{ g / cm}^3$ y se disuelve lentamente en ácido clorhídrico. Cristales de magnetita también se han encontrado en algunas bacterias y en el cerebro de las abejas, de termitas, de algunas aves, por ejemplo la paloma, e incluso de humanos. Se cree que estos cristales están involucrados en la magneto recepción, la capacidad de sentir la polaridad o la inclinación de campo magnético de la tierra, y estar involucrado en la navegación, capacidad que pueden perder los humanos. Además, algunos caracoles tienen dientes hechos de magnetita en su rádula, haciéndolos únicos entre animales. Esto significa que tienen una lengua excepcionalmente abrasiva con la que raspan la comida de las rocas (Majewski y Thierry, 2007, p.206).

- Estructura cristalina

La magnetita tiene la estructura de espinela ($MgAl_2O_4$), con una matriz cúbica de oxígeno compacto, y hierro en ambos cuatro (sitios tetraédricos) y seis veces (sitios octaédricos) coordinados. Los sitios tetraédricos y octaédricos forman las dos subredes magnéticas, A y B, respectivamente. Los giros en la subred A son anti paralelos a los de la subred B, que se define como ferromagnetismo. Los dos sitios cristalinos son muy diferentes y resultan en formas complejas de intercambio de interacciones de los iones de hierro entre y dentro de los dos tipos de sitios (Majewski y Thierry, 2007, p.208).

Tabla 2-1: Datos de estructura cristalina de Magnetita

Estructura	Cúbica
Grupo espacial	Fd-3m (No. 227)
Parámetro de red	$a = 8.3941 \text{ \AA}$
Ángulo de red	$a = 90.00$
Número de fórmulas por celda unitaria	$Z = 8$
Posición atómica	Fe1: $8^a, 0.1250, 0.1250, 0.1250$
Parámetros	Fe2: $16d, 0.5000, 0.5000, 0.5000$ O: $32e, 0.2549, 0.2549, 0.2549$

Fuente: Majewski y Thierry, 2007, p. 208.

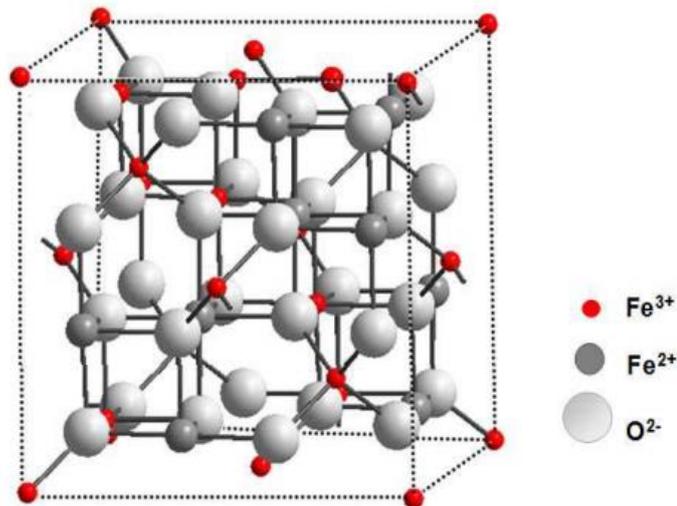


Figura 1-1. Estructura de espinela inversa de Fe_3O_4

Fuente: Noval et al, 2017, p.43.

- Propiedades magnéticas

La magnetita ha atraído recientemente la atención porque el Fe_3O_4 a granel posee una temperatura alta de 850 K y se polariza a temperatura ambiente. Ambas propiedades se consideran de gran potencial para aplicaciones en dispositivos magnéticos electrónicos gigantes y de válvulas giratorias basados en películas de magnetita. Las propiedades magnéticas de nanocristales y

películas nanoestructuradas a base de magnetita dependen en gran medida de su ruta de síntesis, así como de su matriz o sustrato no magnético. Además, para una ruta de síntesis dada, las propiedades magnéticas resultantes de magnetita nanométrica parecen estar ligadas en gran medida a los cambios en la morfología del cristal, como límites antifásicos, y estructura cristalina, como la deficiencia de oxígeno y el trastorno iónico local. Por encima de la temperatura de Verwey ($T_V = 120 \text{ K}$), que representa la transición de un conductor eléctrico a un aislante, la magnetita tiene una estructura de espinela cúbica como se describió anteriormente (Majewski y Thierry, 2007, p. 209).

En estudios recientes las propiedades magnéticas de la magnetita se han investigado de cerca, en nanopartículas de tamaño entre 5 y 150 nm, y se ha observado una evolución gradual de la magnetita a granel a un comportamiento de dominio único con tamaño de grano decreciente (Majewski y Thierry, 2007, p. 209).

1.6.4.2. Métodos de síntesis de la magnetita

Existen varias características fisicoquímicas y distintos procedimientos para sintetizar nanopartículas de magnetita, entre los más importantes se encuentran: micela inversa, descomposición térmica, técnica hidrotermal, procedimiento sonoquímico, método electroquímico, método de poliol y coprecipitación (Wallyn et al., 2019, pp.16-20).

En esta investigación se realizará la síntesis por el método de coprecipitación química que se describe a continuación:

- **Coprecipitación**

Las plantillas de copolímero son generalmente resinas de intercambio iónico; ejemplos comúnmente observados incluyen microesferas de estireno a microescala con reticulación de divinilbenceno. Las resinas son mesoporosas (el diámetro de los poros varía de 2-50 nm) y exudan capacidades de intercambio catiónico, la inmersión de estas plantillas de copolímero en solución que contiene fuertes electrolitos positivos da como resultado la sorción de dichos electrolitos por grupos sulfónicos. Carga de las resinas y al mismo tiempo la resina poros, con especies de hierro ferroso produce nanoreactores capaces de sintetizar magnetita utilizando una microescala tradicional (Blaney, 2007, pp.47- 48).

Los procedimientos de síntesis de magnetita en tales sistemas dan como resultado precipitación de nanopartículas de magnetita. El control del tamaño de las nanopartículas es gobernado por la concentración de ion ferroso incorporado en la plantilla polimérica, debido a los efectos de carga de masa en grupos sulfónicos (Blaney, 2007, pp.47- 48).

El procedimiento de Rabelo et al requiere intercambio de cationes de resinas poliméricas que contienen grupos funcionales sulfónicos para ser sumergido en solución ferrosa (FeSO_4). La

solución ferrosa, que contiene perlas poliméricas, se agita a temperatura ambiente promoviendo la difusión ferrosa en el poro de la resina (Rabelo et al., 2000; citado en Blaney, 2007).

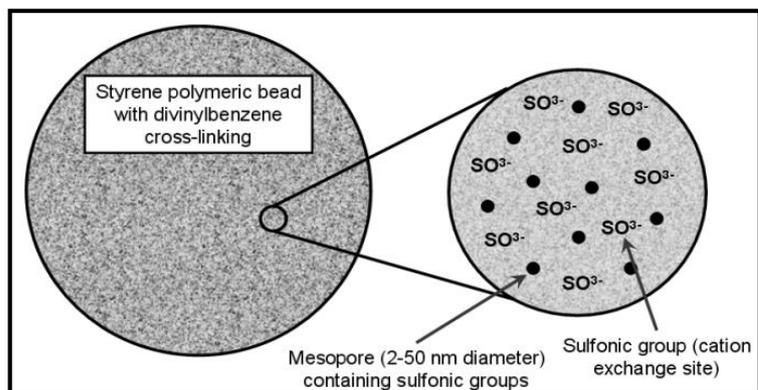


Figura 2-1. Esquema de la plantilla de copolímero mesoporoso.

Fuente: Blaney, 2007, p. 48.

La coprecipitación corresponde a la precipitación de sustancias que normalmente son solubles y que puede llevarse a cabo por dos vías para obtener NPMs en medios alcalino acuosos: la oxidación parcial de las sales de $\text{Fe}^{(2+)}$ o el envejecimiento de una mezcla estequiométrica de $\text{Fe}^{(3+)}$ y Sales de $\text{Fe}^{(2+)}$. Sin embargo, todos los procedimientos asimilados a las condiciones de oxidación parcial de las sales de $\text{Fe}^{(2+)}$ se convierten en envejecimiento de una mezcla estequiométrica de $\text{Fe}^{(3+)}$ y sales de $\text{Fe}^{(2+)}$ ya que $\text{Fe}^{(2+)}$ se obtiene ligeramente oxidada generando $\text{Fe}^{(3+)}$ y formando una mezcla de ambas sales de hierro.

Se deben dominar cuidadosamente varios parámetros para mantener un control sobre el rango de tamaños, la estabilidad coloidal y la superficie de oxidación de los nanocristales de magnetita producidos (Wallyn et al., 2019, pp. 18-19).

Primero, la reacción puede realizarse en un ambiente libre de oxígeno para prevenir la formación de NPMs de magnetita por oxidación, y en segundo lugar, se debe involucrar ligandos hidrófilos in situ (dextrano, polisacárido, alcohol polivinílico, almidón, polímeros hidrofílicos, etc.) para estabilizar y evitar cualquier agregación inesperada por una rápida adsorción directamente sobre los núcleos recién formados en la superficie. La composición y la carga están relacionadas con el tipo de ligandos adsorbidos en las NP, sin embargo, son importantes para el control de la etapa de crecimiento de los núcleos. En tercer lugar, con respecto a los cargos, mencionó que la coprecipitación se realiza básicamente en agua sugiriendo la presencia de electrolitos. El pH, la fuerza iónica y la concentración de las sales metálicas (y, en consecuencia, la naturaleza del precursor metálico) están involucrados para estabilizar NPs (Wallyn et al., 2019, pp. 18-19).

De hecho, todos estos parámetros juegan un papel en el estado superficial de las NPs en una suspensión acuosa, ya que controlarlos puede conducir a la formación de una doble capa electrostática menos comprimida (capa de popa) y así generar una barrera electrostática eficiente

que previene la coagulación. Finalmente, las temperaturas de la reacción también son importantes para el tamaño. Al igual que en el procedimiento de poliol y el procedimiento térmico, parece funcionar mejor cerca del punto de ebullición de un disolvente acuoso o polar (Wallyn et al., 2019, pp. 18-19).

1.6.4.3. Ferrofluido

Los ferrofluidos son dispersiones coloidales donde partículas magnéticas están suspendidas en un medio portador, generalmente con la ayuda de un estabilizante. Estos fluidos son estables a la floculación y las partículas magnéticas suspendidas pueden ser de diámetros entre 5nm y 1,5 μm . El material suspendido más utilizado en la preparación de ferrofluidos es la magnetita. Existen diversas aplicaciones de los fluidos magnéticos como: su uso en sensores, sellos de vacío, medicina y campo biológico, entre otros (Urquijo et al., 2009, p.99).

1.6.4.4. Técnicas de caracterización óptica de nanopartículas

- Espectroscopía infrarroja (IR)

La espectroscopía infrarroja se basa en que los enlaces de una molécula absorben la radiación infrarroja y pasan a niveles vibracionales superiores, la radiación se absorbe a una frecuencia distinta dependiendo el tipo de enlace que exista, lo que permite identificar los grupos funcionales que tiene la molécula que se estudia. Para poder llevar a cabo este tipo de caracterización, deben cumplirse 2 condiciones: la frecuencia de radiación debe ser tal que permita la transición entre estados vibracionales y el momento dipolar de la molécula analizada debe interactuar con el campo eléctrico de la onda para que pueda absorber la radiación infrarroja (Fernández, 2014, pp. 25-27).

Un espectrómetro IR típico incluye una fuente, celda de muestra, detector, amplificador, convertidor A/D y una computadora. La radiación de las fuentes llega al detector después de pasar a través del interferómetro. La señal es amplificada y convertida en una señal digital por el A/D convertidor y amplificador, después de lo cual la señal se transfiere a la computadora donde se realiza la transformada de Fourier. La radiación infrarroja es de aproximadamente 10,000-100 cm^{-1} se envía a través de la muestra con parte de la radiación absorbida, la radiación que se absorbe de la muestra la convierte en energía vibratoria o rotacional. La señal resultante obtenida en el detector es un espectro generalmente de 4000 a 400 cm^{-1} que representa la huella molecular de las muestras. Cada molécula tiene una huella digital única, lo que convierte a IR en una herramienta invaluable para la identificación química (Titus et al., 2019, p. 313).

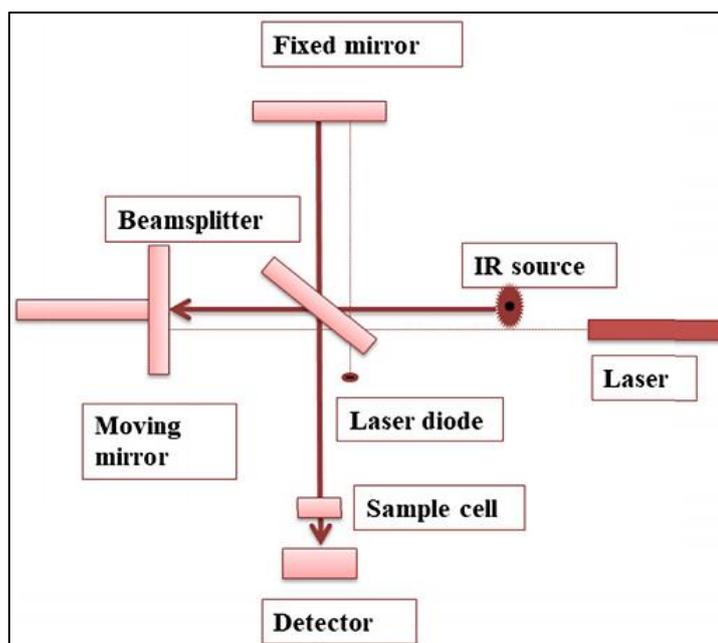


Figura 3-1. Diagrama esquemático de IR

Fuente: (Titus et al., 2019, p. 314).

- Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Un microscopio electrónico obtiene imágenes mediante la detección, procesamiento y visualización de señales que se adquieren de las interacciones entre un haz de electrones de alta energía y la materia, esto proporciona información de topografía, composición y estructura cristalográfica. Todos los microscopios electrónicos de barrido tienen un canon electrónico en una columna de alto vacío en la cual se genera un haz de electrones de alta energía, uno de los factores que incide en la resolución final de la imagen es el diámetro de este haz de electrones; luego este haz es colimado por lentes electrónicas y se focaliza sobre la muestra de análisis, un sistema de bobinas desvía el haz de forma que una zona de la superficie de la muestra es continuamente explorada y las señales restantes se registran en los detectores, éstas se procesan y visualizan en el sistema final de observación (pantalla de la computadora). La parte final del microscopio es una cámara de vacío que contiene una platina donde se coloca la muestra para analizarla. Los controles externos permiten desplazar la platina en los 3 ejes y variar la orientación para la observación (Ipohorski y Bozzano, 2013, pp. 45-46).

- Microscopía de fuerza atómica (AFM)

La Microscopía de fuerza atómica (AFM), es una técnica de microscopía potente y versátil que se utiliza para el estudio de las muestras en nano escala. Esta técnica toma una imagen en una topografía tridimensional y proporciona varios tipos de mediciones de superficie, satisfaciendo las necesidades de ingenieros y científicos. La microscopía de fuerza atómica puede generar

imágenes a una resolución atómica con información de alta resolución en escala angstrom con menos preparación de muestra. En nanocompuestos poliméricos, se puede utilizar para medir la rugosidad de la superficie y visualizar la textura de la superficie en muchos tipos de material. Es, además, una técnica no destructiva y tiene una alta resolución espacial tridimensional (Titus et al., 2019, p. 308).

En el microscopio de fuerza atómica un estilete con un elemento en voladizo barre la superficie de la muestra con un patrón determinado, la fuerza que interviene entre el voladizo y la muestra causa pequeñas desviaciones que son detectadas por un sistema óptico. Durante el barrido la fuerza sobre la punta en el movimiento hacia arriba y abajo se mantiene constante, esto proporciona información topográfica. Este microscopio se puede utilizar para el análisis de muestras conductoras y no conductoras (Skoog et al., 2008, p.617).

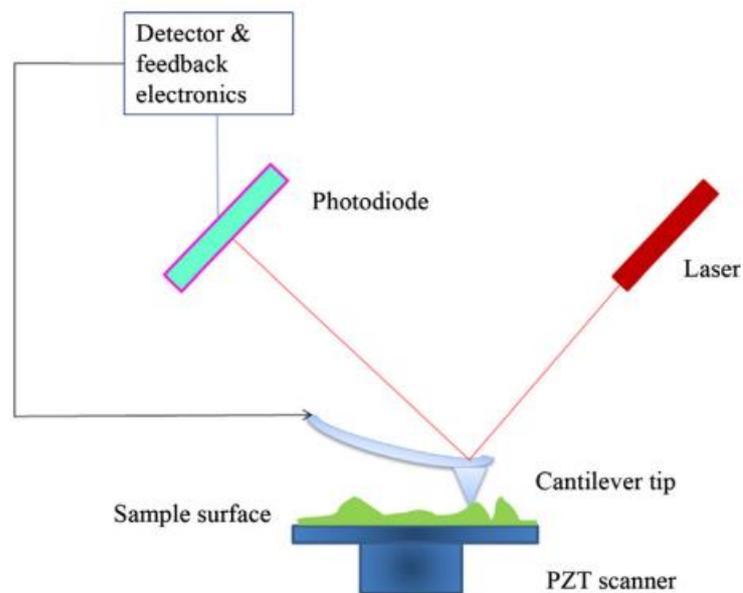


Figura 4-1. Componentes AFM

Fuente: Titus et al., 2019, p. 308.

1.6.5. Técnicas para remoción de As

Se han utilizado y propuesto diferentes tecnologías para eliminar el As de los medios acuosos, teniendo en cuenta los límites legales y los efectos tóxicos que conlleva la eliminación de este metaloide. Durante décadas, el As se eliminó de manera fortuita de las aguas contaminadas durante el proceso de coagulación convencional. Con respecto al agua potable, se sabe que el uso de una fuente de agua más limpia requerirá un tratamiento de agua que conlleve menores riesgos para la salud. Por tanto, existe un interés comprensible por nuevos métodos rentables para eliminar el As del agua (Ungureanu et al., 2015, p.330).

La eliminación de As se logra con mayor frecuencia utilizando métodos fisicoquímicos que incluyen oxidación, precipitación, intercambio iónico, separación (procesos de membrana como ósmosis inversa, nanofiltración y electrodiálisis) y adsorción. Estos procesos químicos pueden usarse individualmente, secuencialmente o en combinación para una remediación eficaz de As (V). Sin embargo, las especies neutras de As (III) no se eliminan completamente y requieren una oxidación previa al tratamiento químico o físico para convertirlas en As (V) para una eliminación eficiente (Kumar et al., 2019, p.3).

En los últimos años, se han realizado extensos estudios sobre técnicas de eliminación de As del medio ambiente. Los métodos que se utilizan actualmente son el intercambio iónico, la fitorremediación, la adsorción, la remediación fitobiana, la precipitación química, los métodos electrocinéticos y la electrocoagulación. Aunque estos procesos son útiles para eliminar el As del suelo y el agua, cada innovación tiene sus inconvenientes importantes, en particular en lo que respecta a los costos y la eficiencia (Alka et al., 2021, p.3).

1.6.5.1. Oxidación

El As en las aguas naturales generalmente se presenta como arsenito [As (III)] y arseniato [As (V)]. El As (III) es más soluble y tóxico que el As (V). Por tanto, la eliminación de As (III) es más difícil que la de As (V). En vista de esto, el As (III) debe oxidarse a As (V) antes de su eliminación. Comprender la oxidación de As (III) y su cinética en presencia de diferentes oxidantes es importante en los procesos de eliminación de As. La oxidación del As en presencia de aire u oxígeno puro es lenta y puede mejorarse utilizando ozono, cloro, dióxido de cloro, hipoclorito y H₂O₂ (Ameta et al., 2018, p.5). Las ventajas y desventajas de los agentes oxidantes se resumen en la siguiente tabla.

Tabla 3-1: Evaluación comparativa de agentes oxidantes.

Agente oxidante	Ventaja	Desventaja
Cloro	<ul style="list-style-type: none"> • El costo de oxidación para As (III) es relativamente bajo. • Tiene capacidad de desinfección Primaria. • Oxida Arsénico en menos de un minuto • MnO₂ medios regeneradores. 	<ul style="list-style-type: none"> • Desinfectante residual secundario. • Forma subproductos de desinfección. • Provoca ensuciamiento de la membrana. • Requiere manipulación y almacenamiento especial.
Permanganato	<ul style="list-style-type: none"> • No reacciona con membranas • No forma subproductos desinfectantes • MnO₂ medios regeneradores. • Oxida Arsénico en menos de un minuto 	<ul style="list-style-type: none"> • Costo relativamente alto • Sin capacidad de desinfección primaria • Forma partículas de MnO₂ • Puede ser necesario un oxidante adicional para la desinfección secundaria.

Ozono	<ul style="list-style-type: none"> • No se requiere almacenamiento ni manipulación de productos químicos • Capacidad de desinfección primaria • No quedan subproductos químicos en el agua • Oxida el arsénico en menos de 1 minuto en ausencia de reductores interferentes 	<ul style="list-style-type: none"> • El sulfuro y el TOC interfieren con la conversión y aumentan el tiempo de contacto requerido y la dosis de ozono para la oxidación • Puede ser necesario un oxidante adicional para la desinfección secundaria
-------	---	---

Fuente: Jain y Singh, 2012, p.3.

1.6.5.2. Adsorción

La adsorción es una técnica de eliminación de As adecuada, eficiente y económicamente factible, no requiere adición de productos químicos y se usa comúnmente en los países en desarrollo que carecen de personal capacitado y un suministro de electricidad inconsistente, así como con eficiencias cuantitativas > 95% reportadas para el arsenito, As (III), y remediación de arseniato, As (V) (Kumar et al., 2019, p.10).

Esto depende principalmente del proceso de separación de Van der Waals y de las fuerzas de atracción electrostática entre moléculas adsorbidas (Maitlo et al., 2019). Cabe señalar que la eficiencia de esta técnica se ve afectada por el período de exposición, el pH de actuación, la presencia de otras especies químicas, la dosis de adsorbente, la concentración inicial de As y la temperatura (Sarkar y Paul, 2016, p.44).

En el proceso de adsorción, existe una mayor concentración de materiales en la superficie o interfaz entre dos fases, se denomina acumulación en interfase. La sustancia que se adsorbe en la superficie de otra sustancia se llama adsorbato. Mientras que la sustancia, en cuya superficie tiene lugar la adsorción se denomina adsorbente. La interfaz puede ser líquido-líquido, líquido-sólido, gas-líquido o gas-sólido. De estos tipos de adsorción, solo la adsorción líquido-sólido se usa ampliamente en el tratamiento de agua y aguas residuales. Se consideran los siguientes cuatro pasos, en los que el soluto (adsorbato) se mueve hacia la capa de interfaz y se une al adsorbente:

(1) *Transporte advectivo*: las partículas de soluto se mueven de soluciones a granel a una capa de película inmóvil por medio de flujo advectivo, dispersión o difusión axial.

(2) *Transferencia de película*: la partícula de soluto es penetrada y adherida en una capa de película de agua inmóvil.

(3) *Masa transferencia*: unión de la partícula de soluto a la superficie del adsorbente

(4) *Difusión intrapartícula*: movimiento del soluto en los poros del adsorbente.

Los adsorbentes que se han aplicado con éxito para la remediación de As, incluye adsorbentes granulares, óxidos metálicos recubiertos de arena, adsorbentes a base de óxido de hierro diseñados con biocarbón, hierro de valencia cero, toba zeolítica rica en clinoptilolita, compuesto de hierro / olivino, carbón activado, desechos agrícolas y alúmina activada (Patel, 2019, p.44).

- Tipos de adsorción

Dependiendo de la naturaleza de las fuerzas involucradas, se pueden distinguir dos tipos principales de proceso de adsorción:

a) Adsorción física o fisisorción

La adsorción física se produce debido a las débiles fuerzas de atracción de Van der Waals. Esta sorción es de naturaleza reversible con valores de entalpía bajos, alrededor de 20 kJ/mol. Aquí, las fuerzas de atracción de desgaste están disponibles entre las moléculas adsorbidas y la superficie sólida de naturaleza débil. Por lo tanto, las moléculas adsorbidas se liberan para viajar sobre la superficie, ya que estas moléculas no se adhieren al lado de la partícula en la superficie adsorbente. Las fuerzas electrostáticas incluyen interacciones dipolo-dipolo, interacciones de dispersión y enlaces de hidrógeno disponibles entre el adsorbato-adsorbente en la sorción física. Cuando hay una separación neta de cargas positivas y negativas dentro de una molécula, se dice que tiene un momento dipolar (Patel, 2019, p.44).

b) Adsorción química o quimisorción

El enlace químico entre el adsorbato y la molécula adsorbente tiene lugar en la quimisorción. Por lo tanto, esta sorción es de naturaleza irreversible y tiene una alta entalpía de sorción que la sorción física 200 kJ / mol. Las fuerzas electrostáticas más fuertes, como los enlaces químicos covalentes o electrostáticos, juegan un papel vital en la atracción entre el adsorbente y el adsorbato. Este enlace es más corto en longitud de enlace y tiene mayor energía de enlace (Patel, 2019, p.45).

1.6.6. Localización y descripción del lugar (Parroquia Toacaso Latacunga)

Toacaso es una parroquia rural del cantón Latacunga de la provincia de Cotopaxi, ubicándose en el centro del país, los límites son: al norte con la parroquia Pastocalle y Chaipi, al sur con el cantón Saquisilí y Guaytacama, al este Tanicuchí y al oeste cantón Sigchos. El clima de la Parroquia tiene pocas variantes, principalmente determinadas por la altitud, la influencia de los vientos cálidos del trópico y la proximidad al nevado los Ilinizas. En general las temperaturas promedio

oscilan entre los 6°C a 12°C. Dentro de la clasifican de formaciones bioclimáticas, el área de Toacaso le corresponde a la Ecuatorial de alta montaña (Pincha, 2017, p.33).

Tabla 4-1: Unidades geomorfológicas

Unidades Geomorfológicas	Pendiente	Características	Superficie (HA)
Superficie de aplanamiento	0% a 25%	Pendientes bajas	3254
Valles interandinos	4% a 10%	Superficies planas	1349
Colinas medianas	12% a 50%	Forma redondeada en su cima	2764
Cimas de las cordilleras de relieves montañosos	30% a 70%	Cima de las montañas de la cordillera occidental	3652
Vertientes de las cordilleras	25% a 70%	Laderas de la cordillera occidental	6349
Relieves escarpados	>70%	Laderas de las montañas	3517
Nieve, afloramientos rocosos y eriales		Nieve de los Ilinizas, áreas contiguas y las partes altas de la cordillera. Ausencia de vegetación.	440

Fuente: Pincha 2017, p.37.

Toacaso es privilegiado en recursos hídricos, ya que tiene páramos y bosques nativos junto al nevado los Ilinizas. Los riachuelos y ríos desembocan en la cuenca del río Toachi y la cuenca del Pastaza.



Figura 5-1. Toacaso

Fuente: Google Maps, 2021.

CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO

2.1. Tipo y Diseño de Investigación

En esta investigación de tipo experimental se utiliza un análisis de tipo Correlacional, ya que variando las cantidades de magnetita utilizada por tratamiento en un tiempo de contacto de 6 horas se identificó el nivel de adsorción de arsénico que presentan las mismas.

2.1.1. Método Deductivo

Este método usa principios generales para llegar a una conclusión específica, en este caso a partir de fuentes de consulta sobre los diferentes métodos que existen para la síntesis de magnetita y el proceso de eliminación de As en el agua por adsorción se llegó a una elección específica del método de coprecipitación química para la síntesis de las NPMs de hierro y el proceso de adsorción se llevó a cabo en un tiempo determinado.

2.1.2. Método Inductivo

Nos dice que a partir de premisas particulares se obtiene una conclusión general las cuales influyen en el resultado final de adsorción; por lo que se utilizaron diferentes cantidades de magnetita y se realizó análisis de As en cada tratamiento para la determinación del mejor resultado de adsorción del material en agua.

2.1.3. Método Experimental

Se contemplaron 4 unidades experimentales de las cuales la primera no tuvo tratamiento alguno y se utilizó como control y tres unidades de tratamiento con tres repeticiones en las que se realizaron adsorciones con cantidades diferentes de NPMs (magnetita) considerando 10 tiempos de contacto del agua contaminada con el material para un total de 6 horas por tratamiento, los datos de cantidades de As se obtuvieron mediante análisis con espectrofotometría de absorción atómica.

2.2. Enfoque de la investigación

El enfoque de la investigación es cuantitativo, pues se analizó la concentración de As presente en las aguas contaminadas antes y después de la adsorción realizada con las NPMs (magnetita), para determinar la capacidad de adsorción que tienen las mismas

2.3. Identificación de Variables

2.3.1. Variables Independientes

Concentración de As en el agua contaminada
Cantidad de magnetita utilizada en la adsorción
Tiempo de contacto en la adsorción
Tamaño de las NPMs

2.3.2. Variables Dependientes

Nivel de adsorción de As de las NPMs
Concentración de As en el agua tratada

2.4. Operacionalización de Variables

2.4.1. Operacionalización de Variables

Tabla 1-2: Operacionalización de variables para la adsorción de As en agua con magnetita

VARIABLE	TIPO DE VARIABLE	DEFINICIÓN OPERACIONAL	INDICADORES	INSTRUMENTO DE MEDICIÓN
Tamaño de las NPMs	Independiente	Es la dimensión de las NPMs obtenidas	Nanómetros (nm)	Microscopio electrónico de barrido Microscopio de fuerza atómica
Concentración de As en el agua contaminada	Independiente	Cantidad de As presente en el agua contaminada	ppb ($\mu\text{g/l}$)	Espectrofotómetro de absorción atómica
Cantidad de magnetita utilizada en la adsorción	Independiente	Cantidad de magnetita utilizada para el proceso de adsorción	Gramos (g)	Balanza analítica
Tiempo de contacto en la adsorción	Independiente	Tiempo de reacción para la adsorción de As con magnetita	Minutos	Cronómetro
Nivel de adsorción de As	Dependiente	Es la cantidad de As presente en el agua que se adsorbe por las NPMs	% Adsorción	
Concentración de As en el agua tratada	Dependiente	Cantidad de As presente en el agua tratada	ppb ($\mu\text{g/l}$)	Espectrofotómetro de absorción atómica

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

2.4.2. Matriz de Consistencia

Tabla 2-2: Matriz de Consistencia, aspectos generales y específicos de la investigación

ASPECTOS GENERALES				
PROBLEMA GENERAL		OBJETIVO GENERAL		HIPÓTESIS GENERAL
¿Se puede utilizar la magnetita para la adsorción de As en aguas contaminadas?		Aplicar nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) en la adsorción de As en aguas contaminadas		La aplicación de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) en diferentes cantidades permitirá realizar la adsorción de As en aguas contaminadas
ASPECTOS ESPECÍFICOS				
PROBLEMAS ESPECÍFICOS	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	HIPÓTESIS ESPECÍFICAS	VARIABLES DE LAS HIPÓTESIS ESPECÍFICAS	TÉCNICAS DE RECOLECCIÓN DE DATOS
¿Qué variables son relevantes en la aplicación del método de co-precipitación química?	Sintetizar en laboratorio las NPMs (magnetita) por el método de co-precipitación química	H1: Se sintetizarán en laboratorio las NPMs magnetita utilizando el método de co-precipitación química	Cantidad en peso de las NPMs (magnetita)	Medidas realizadas en balanza
¿Qué técnicas instrumentales de caracterización pueden utilizarse para las NPMs?	Caracterizar las NPMs mediante métodos ópticos	H2: Las características físico-químicas de las NPMs se determinarán mediante la aplicación de métodos ópticos	Longitud de onda Tamaño de las NPMs	Ensayos espectrométricos Muestras de microscopía electrónica de barrido Muestras de microscopía de fuerza atómica
¿Qué método de caracterización permite determinar el nivel de adsorción de As que presentan las NPMs?	Caracterizar las aguas contaminadas para determinar el nivel de As presente Determinar el nivel de adsorción de As que presentan las NPMs	H3: Se debe conocer el nivel de As presente en aguas contaminadas para determinar la adsorción del mismo	Concentración de As en el agua Cantidad de magnetita utilizada Tiempo de contacto en la adsorción	Análisis por espectrofotometría de absorción atómica

¿Qué método de caracterización permite determinar el nivel de As presente en aguas contaminadas?	Caracterizar las aguas tratadas mediante la adsorción de As	H4: El nivel de As presente en el agua disminuirá después del tratamiento de adsorción con magnetita	Concentración de As en el agua tratada	Análisis por espectrofotometría de absorción atómica
--	---	--	--	--

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

2.5. Diseño de la Investigación

2.5.1. Diseño del tratamiento experimental

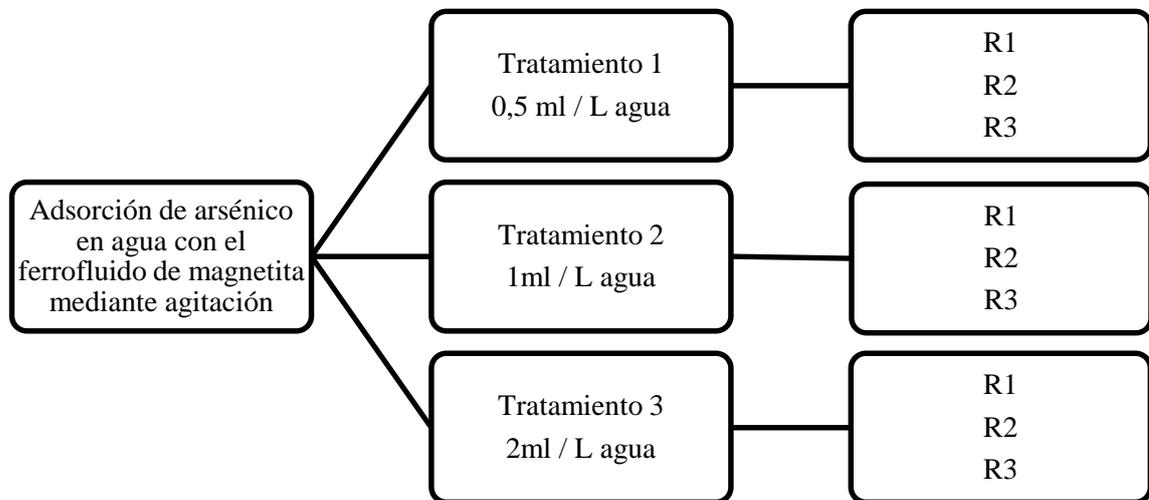


Gráfico 1-2. Diseño experimental de la investigación

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

2.6. Unidad de análisis

Se considera el nivel de adsorción de As que presentan las NPMs (magnetita) para el tratamiento de aguas contaminadas.

2.7. Población de estudio

La población de estudio es una muestra de las aguas de riego contaminadas de la parroquia Toacaso de la ciudad de Latacunga ubicada en la provincia de Cotopaxi

2.8. Tamaño de la muestra

Se trabajó con un volumen de 1/2 litro por tratamiento, previo el análisis de la concentración de As presente en el agua. Se realizaron 54 análisis, 33 para los tratamientos y 21 para las repeticiones de los valores necesarios.

2.9. Selección de la muestra

Se recolectaron muestras integradas en varios puntos del canal de riego de la parroquia Toacaso.

2.10. Localización de la investigación

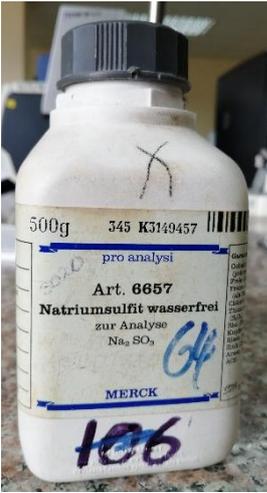
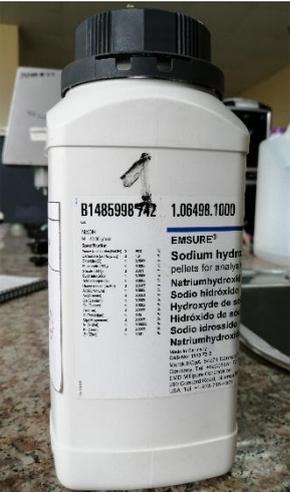
En esta investigación se recolectó agua del canal de riego de la parroquia de Toacaso, ubicada en la provincia de Cotopaxi, la misma que se llevó a los laboratorios de Investigación y Química Instrumental de la Facultad de Ciencias de la ESPOCH para su tratamiento y análisis de As.

2.11. Técnicas de recolección de datos

Se describe a continuación los procedimientos a realizar en la investigación, así como los reactivos y equipos necesarios

2.11.1. Reactivos

Tabla 3-2: Reactivos utilizados en la síntesis y purificación de las NPMs (magnetita)

Sulfito de sodio	Hidróxido de sodio
 <p>Fórmula: Na_2SO_3 Masa Molar: 126,04 g/mol Casa comercial: MERCK</p>	 <p>Fórmula: NaOH Masa Molar: 40,00 g/mol Casa comercial: MERCK</p>

Cloruro férrico hexahidratado



Fórmula: $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Masa Molar: 270,3 g/mol

Casa comercial: Fisher chemical

Ácido oleico

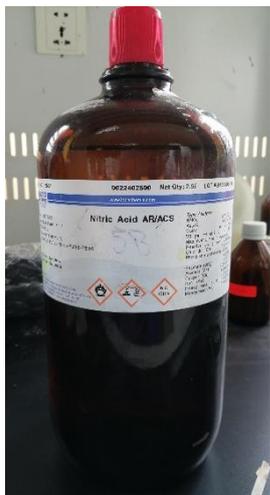


Fórmula: $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$

Masa Molar: 283,47 g/mol

Casa comercial: Laboratorio CEVALLOS

Ácido nítrico

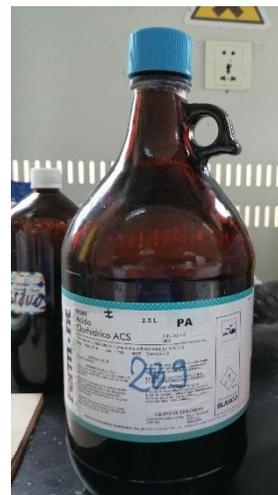


Fórmula: HNO_3

Masa Molar: 63,01 g/mol

Casa comercial: Lobachemie

Ácido clorhídrico



Fórmula: HCl

Masa Molar: 36,46 g/mol

Casa comercial: Fermont

Agua destilada



Fórmula: H_2O

Masa Molar: 18,02 g/mol

Casa comercial: Laboratorio Alcoholimex

Etanol



Fórmula: C_2H_5OH

Masa Molar: 46,07 g/mol

Casa comercial: Prolabor

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

2.11.2. Equipos y Materiales

Tabla 4-2: Equipos utilizados en la síntesis y caracterización de NPMs (magnetita), y adsorción de As

Agitador-Calentador Magnético



Marca: Fisher Scientific

Modelo: C1928150310708H

Temperatura máxima: 300 °C

Peso Máximo: 2 L

Velocidad Máxima: 2500 rpm

Dimensiones: 21 x 13.3 x 11.1cm

Sorbona



Marca: BIOBASE

Modelo: FH1000(X)

Dimensiones de Operación(mm) :880*730*745

Estufa



Marca: MEMMERT
Modelo: FC-L. INV-015
Temperatura máxima: 300°C
Temporizador: Digital, ajustable desde 1 minuto hasta 99 días

Balanza Electrónica



Marca: OHAUS
Modelo: Explorer EX623
Precisión: ± 0.1 mg
Capacidad: 620g * 0.001 g
Software de Análisis: Ingeniously Practical

Espectrofotómetro FT – IR



Marca: JASCO
Modelo: FT/IR-4100
Resolución Máxima: 0.9 cm^{-1}
Software de Análisis: Spectra Manager

Microscopio electrónico de barrido (SEM)



Marca: JEOL
Modelo: JSM-IT500HR
Software de Análisis: Deben Chamberscope/

<p>Agitador de alta velocidad</p>  <p>Marca: WIGGENS Modelo: WB6000-D Rango de velocidad (rpm): I: 40-1200 , II: 1201-6000</p>	<p>Espectrómetro de absorción atómica</p>  <p>Marca: Thermo Scientific Modelo: iCE 3500 AAS</p>
---	--

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Tabla 5-2: Materiales utilizados en la síntesis y caracterización de NPMs (magnetita), y adsorción de As

1 Embudo buchner	6 Espátula con cuchara
2 Kitasato	7 Pipetas
3 Vasos de precipitación	8 Matraz Erlenmeyer
4 Vidrios reloj	9 Balones de aforo
5 Probeta	10 Piseta



Realizado por: Macías, Karen, 2021.

2.11.3. Metodología Estadística

El experimento se realizó en las condiciones en las que se encontraba el agua recolectada en el muestreo con una temperatura de 21 °C y un pH aproximado de 8, para cada tratamiento y repeticiones se mantuvieron las mismas condiciones con el propósito de replicar el ambiente del agua en el caso de que se realice el procedimiento a una escala mayor.

Para el análisis estadístico se utilizó el programa SPSS, en el cual se tomó la cantidad de ferrofluido de magnetita utilizada como variable independiente y el porcentaje de adsorción de As obtenido como la variable dependiente, este se obtuvo del valor más alto de cada tratamiento y sus repeticiones. Se realizó un análisis ANOVA para comprobar la influencia de la cantidad de magnetita sobre los resultados de adsorción así como las diferentes pruebas estadísticas para la comprobación de los supuestos necesarios para realizar este análisis que son: normalidad, independencia y homocedasticidad (igualdad de varianzas de las subpoblaciones).

Para este análisis fue necesario establecer una hipótesis nula y una hipótesis alternativa, con el propósito de comprobar que se cumpla una de las dos

2.11.3.1. Hipótesis Nula

La cantidad de NPMs (magnetita) utilizada en el tratamiento no influye en el porcentaje de adsorción de arsénico alcanzado en el experimento

2.11.3.2. Hipótesis Alternativa

La cantidad de NPMs (magnetita) utilizada en el tratamiento influye en el porcentaje de adsorción de arsénico alcanzado en el experimento

2.11.4. Metodología Experimental

2.11.4.1. Esterilización de Materiales

Para poder realizar la síntesis de magnetita los materiales deben estar completamente limpios, ya que los residuos restantes de usos anteriores pueden interferir y afectar el poder magnético de las nanopartículas y con ello la adsorción que se llevará a cabo posteriormente, por lo cual la limpieza se realiza de la siguiente manera:

Se preparó una mezcla de agua y jabón neutro en relación 3:1 y con el uso de cepillos se procedió a lavar todos los materiales minuciosamente para después enjuagarlos con agua destilada, se dejó escurrir sobre una toalla limpia en el mesón. Posteriormente se introdujeron los materiales de

vidrio en la estufa a 70 °C durante 10 minutos, después se los dejó enfriar a temperatura ambiente. A continuación se preparó agua regia, que es una mezcla de ácido clorhídrico (HCl) y ácido nítrico (HNO₃) en relación 3:1 respectivamente, y se impregnó todo el material de vidrio con esta mezcla, después se realizaron varios enjuagues con agua destilada para volver a introducir los materiales en la estufa por 20 minutos para que se secan. Después se dejaron enfriar para proceder a su utilización.

2.11.4.2. Síntesis de NPMs (magnetita)

El procedimiento de la síntesis de magnetita utilizado en esta investigación se basa en los realizados por Vera Francisco(2018, p. 77) y Toala Paola(2019, p.44), los cuales hacen uso el método de co-precipitación química que se detalla a continuación:

Con la ayuda de una probeta se colocaron 36 ml de agua destilada en un matraz Erlenmeyer. Se pesó en una balanza electrónica 0,8993 g de Cloruro Férrico Hexahidratado (FeCl₃·6H₂O), 0,4496 g de Sulfito de Sodio (Na₂SO₃) y 9,6 g de Hidróxido de Sodio (NaOH). Tanto el Cloruro férrico como el Sulfito de Sodio de agregaron al matraz Erlenmeyer y se cubrió con papel aluminio, se colocó en un agitador-calentador magnético durante 30 minutos para que se mezclen correctamente. Luego se procede a calentar la mezcla a 60 °C y se agrega con la ayuda de una pipeta 1,8 ml de ácido oleico y se continúa agitando durante 10 minutos. En un vaso de precipitación se mezcló el Hidróxido de sodio con 300 ml de agua destilada y manteniendo la agitación magnética y la temperatura máximo en 60 °C se agregó la solución de hidróxido de sodio a la mezcla inicial y se continúa agitando durante 30 minutos, pasado este tiempo se continúa la agitación a temperatura ambiente durante 30 minutos más.

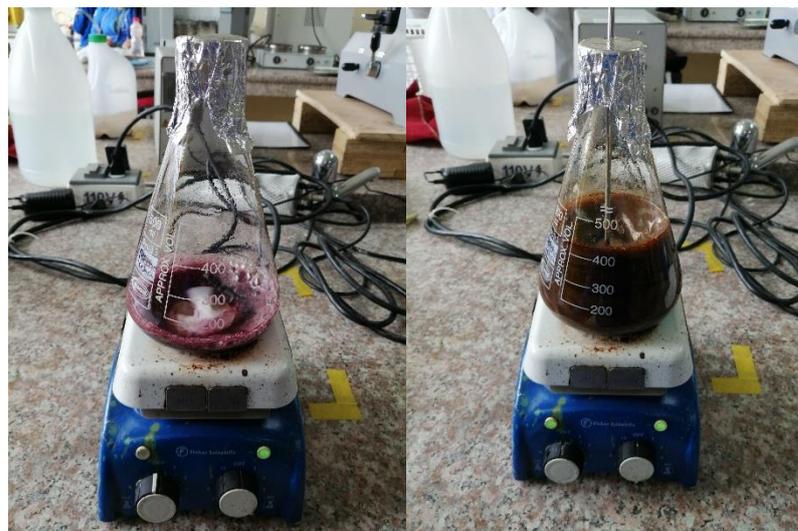


Figura 1-2. Síntesis de NPMs (magnetita)

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Este procedimiento se repite varias veces en función de la cantidad de magnetita requerida para la investigación.

2.11.4.3. Purificación de NPMs (magnetita)

La purificación se realiza con la finalidad de eliminar la mayor cantidad de fase acuosa generada en la síntesis de magnetita y cambiarla por un medio de suspensión diferente para formar el ferrofluido con el que se va a trabajar en la investigación.



Figura 2-2. Proceso de purificación de las NPMs (magnetita)

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Se lleva a cabo en 2 etapas:

- Purificación física

Se retiró la cápsula de agitación del matraz Erlenmeyer y su contenido se dividió en dos partes colocándolos en vasos de precipitación para que la purificación se realice de manera más rápida, se colocaron imanes de neodimio en el fondo del vaso de precipitación, además de un imán a los costados para que las NPMs fueran atraídas por el campo magnético hacia el fondo y costado del vaso, se separó la mayor cantidad de fracción acuosa posible con cuidado de no desperdiciar las NPMs

- Purificación química

Una vez descartada la fracción acuosa de la reacción se añade etanol a las NPMs depositadas y se mezclan en un agitador orbital, esta mezcla se separa con ayuda de los imanes de neodimio y se

procede a realizar la purificación con agua destilada, repitiendo el proceso alternando la purificación física y química con un máximo de 3 enjuagues.

Una vez que se obtengan las NPMs purificadas como se indica al final en la Fig. 2-2 se separan del agua y se pesa la cantidad obtenida para realizar el ferrofluido en razón 1:1 de NPMs y agua destilada.

2.11.4.4. Caracterización de NPMs (magnetita)

Para poder observar el tamaño y composición de las NPMs (magnetita) obtenidas en las síntesis se llevó a cabo varios análisis con diferentes técnicas que se indican a continuación:

- Espectroscopía Infrarroja (IR)

Este espectro se obtiene con la finalidad de observar los grupos funcionales característicos de las NPMs (magnetita).

El equipo debe estar limpio y calibrado según el espectro que indican las instrucciones para poder iniciar el análisis, una vez realizado esto se coloca el ferrofluido de magnetita en el porta muestras del espectroscopio con una pipeta pasteur, se cerró el equipo con el cristal asegurado para evitar interferencias en la lectura y que se produzca el espectro correcto del compuesto que se analiza y así obtener las vibraciones en los respectivos grupos funcionales. El software que viene incluido en el equipo procesa los datos y da los resultados del análisis.

- Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Para la observación de las NPMs (magnetita) en el microscopio electrónico de barrido, éstas deben estar completamente secas, por lo que se secaron 2 muestras de ferrofluido (cada muestra de 2 gotas) en un vidrio reloj que se colocó en la estufa a 70 °C durante media hora. Para el análisis se raspó la muestra y el polvo que se extrajo se colocó en el porta muestras del microscopio que contiene una cinta doble faz negra para poder observar el tamaño y composición de la magnetita sintetizada.

Una vez obtenidas las imágenes se analizaron con el programa ImageJ para poder obtener la media de tamaño de las nanopartículas de magnetita.

- Microscopía de fuerza atómica (AFM)

Para poder observar de mejor manera el tamaño de las nanopartículas obtenidas se contó con la ayuda de la Escuela Politécnica Nacional que recibió 2 muestras de ferrofluido para su análisis en el microscopio de fuerza atómica. Se obtuvieron imágenes del tamaño de partículas que de

igual forma se analizaron con el programa ImageJ para observar la media del tamaño de la magnetita.

2.11.4.5. Análisis de aguas contaminadas

- Recolección de la muestra

La muestra se recolectó en el canal de riego de la parroquia de Toacaso de la ciudad de Latacunga, consistió en una muestra integrada, es decir se tomaron 3 muestras simples en diferentes puntos de recolección del canal de riego y se acopiaron en un solo recipiente, con el cual se llenaron botellas de vidrio ámbar por completo y se almacenaron en un cooler o hielera para conservar la temperatura del agua y poder realizar la adsorción.

Tabla 6-2: Ubicación de los puntos de recolección de las muestras de agua contaminada

Punto	Coordenadas
1	0°45'15.6"S 78°41'59.6"W
2	0°45'16.2"S 78°42'01.3"W
3	0°45'18.7"S 78°41'58.6"W

Fuente: Google Maps, 2021.

Realizado por: Macías, Karen, 2021.



Figura 3-2. Recolección de la muestra de aguas contaminadas en la parroquia de Toacaso

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

- **Análisis de As**

El análisis de As en la muestra de agua contaminada o muestra madre se realizó al final del proceso de adsorción junto con las demás muestras por facilidad en la utilización del equipo (espectrofotómetro de absorción atómica) y el proceso se detalla en el siguiente punto.

2.11.4.6. Evaluación de la adsorción de As

Adsorción de As en agua contaminada

Para evaluar la capacidad de adsorción de As de las NPMs (magnetita) se realizaron tres unidades experimentales cada una con una cantidad diferente de ferrofluido magnético, se utilizaron 0,5 ml, 1 ml y 2 ml por cada litro de agua respectivamente para los tratamientos 1, 2 y 3. Cada tratamiento se realizó con 500 ml de agua contaminada filtrada en un agitador a 200 rpm, por un periodo de tiempo de 6 horas en las cuales se obtuvieron muestras para analizar al tiempo 0 sin añadir magnetita o muestra madre, y a los 5, 15, 25, 40, 60, 120, 180, 240, 300 y 360 minutos de contacto con el ferrofluido de magnetita.



Figura 4-2. Adsorción de As en agua contaminada con NPMs (magnetita)

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Después se separó la magnetita y se tomó las muestras para analizarlas. Observando los resultados se realizaron tres repeticiones en las cuales se analizaron solamente los valores más importantes para verificar la tendencia de la adsorción.

Para analizar el contenido de As las muestras tanto sin tratamiento como con los diferentes tiempos de contacto con el ferrofluido se trataron de la siguiente manera:

- Se tomaron 10 ml por muestra y se diluyeron en un balón de aforo de 50 ml con agua ultra pura ya que se necesitaban concentraciones bajas por la sensibilidad del equipo.
- De la dilución se quitaron 16 ml, y a esto se añadieron 2 ml de una solución al 10 % de ácido l ascórbico y yoduro de potasio (solución reductora) y 2 ml de ácido clorhídrico, dando un total de muestra de 20 ml.
- Se almacenaron las muestras en el refrigerador para su posterior análisis.

Análisis de As

Para la medición de la concentración de As en las muestras se realiza el siguiente procedimiento:

- Se realiza una muestra patrón de 500 ml con concentración de 500 ppb de As y 5 ml de solución reductora

- De esta muestra se realizan diluciones con concentraciones de 5, 10, 20, 40 y 50 ppb de As con ácido clorhídrico al 10 % en balones aforados de 100 ml, que serán los estándares para la curva de calibración del equipo
- Se prepara una solución al 0,6 % y 0,5 % de borohidruro de sodio e hidróxido de sodio respectivamente, y una solución al 50% de ácido clorhídrico que son necesarias para el análisis del equipo.
- Se enciende el espectrofotómetro de absorción atómica, se coloca la lámpara de As y se espera media hora a que se caliente, se escoge el método de análisis, se abren las válvulas de los gases necesarios y se realiza la curva de calibración con los estándares preparados. Una vez obtenida la curva de calibración se procede a analizar las muestras y se coloca el factor de dilución que tienen.
- El equipo nos da los resultados con la concentración corregida para analizar la adsorción que se llevó a cabo.

CAPÍTULO III

3. MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

3.1. Resultados de la síntesis de NPMs (magnetita)

3.1.1. Espectroscopía Infrarroja (IR)

El espectro IR que se muestra en la Figura 1-3 nos muestra las bandas de absorción de los diferentes grupos funcionales que están presentes en el ferrofluido de magnetita. El espectro relaciona transmitancia y número de onda en el rango de 550 a 4000 cm^{-1} .

La banda de absorción 3310,21 cm^{-1} , es característica del grupo funcional (OH), la banda 2156,03 cm^{-1} indica que existe un enlace (C-N), la banda 1642,09 cm^{-1} indica la ausencia de un acoplamiento fuerte de los hidrocarburos alquilo presentando un enlace doble (C=C), la 1091,51 cm^{-1} se produce por el estiramiento de los enlaces con vibraciones pertenecientes a un grupo carboxílico (CO), la banda 718,354 cm^{-1} es producida por enlaces (=C-H), y finalmente la banda 654,715 cm^{-1} pertenece a la vibración que produce el enlace (Fe-O) de la magnetita, con lo cual se puede comprobar que la síntesis de NPMs (magnetita) fue llevada a cabo con éxito y estas partículas se encuentran presentes en el ferrofluido analizado (Shurvell, 2006, pp. 1791-1796; Flores et al., 2017, p.408).

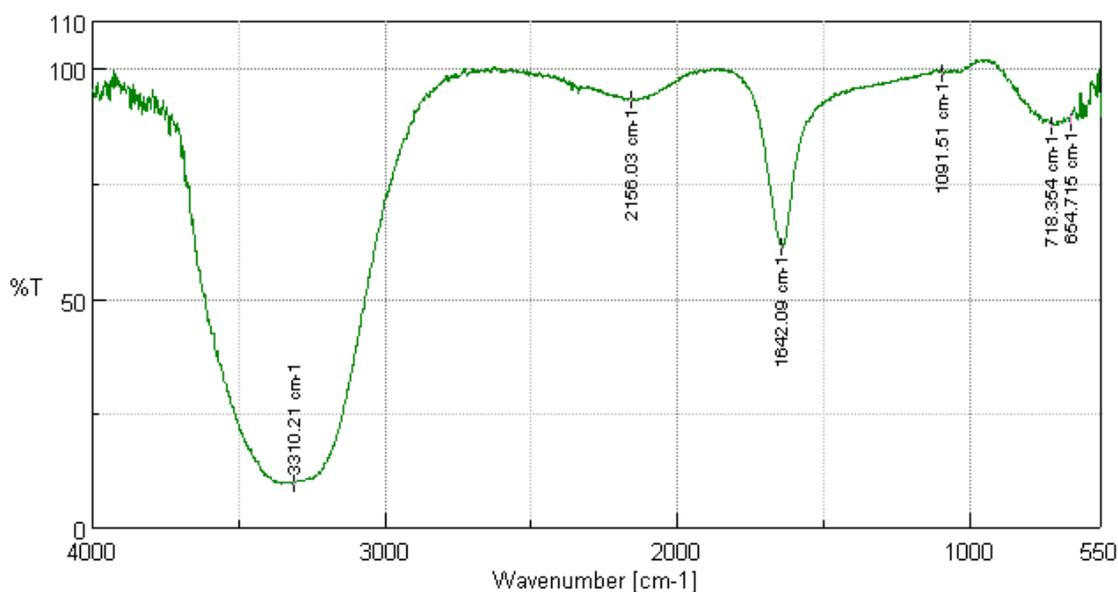


Figura 1-3. Espectro infrarrojo de las NPMs (magnetita)

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

3.1.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Se realizaron varias visualizaciones de las NPMs en el microscopio electrónico de barrido con un voltaje de 12.0 kV, que se observan en la Figura 2-3. Se puede observar homogeneidad en el tamaño de las NPMs y una distribución uniforme, además presentan una forma irregular semejante a cristales debido a la naturaleza de la magnetita. Se realizó un análisis con el programa ImageJ, y el tamaño de partícula promedio observado fue de 3 μm aproximadamente, el cual no cumple con la escala nanométrica. Esto se debió a la naturaleza magnética de las partículas y al proceso de secado que se realizó para la observación en el microscopio electrónico de barrido, que no evidenció el tamaño real por la aglomeración existente, por lo que se realizó observaciones en el microscopio de fuerza atómica para evitar aglomeraciones y se utilizó la magnetita en ferrofluido sin realizar un proceso de secado para utilizarla en la adsorción de As. Los resultados de los análisis de tamaño se muestran en el ANEXO A.

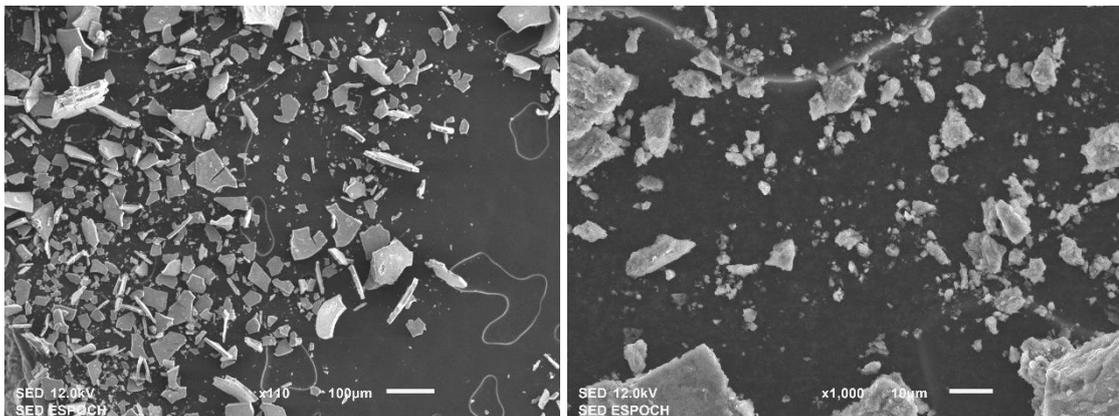


Figura 2-3. Imágenes SEM con aumentos 110X y 1000X de las NPMs (magnetita)

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

3.1.3. Microscopía de fuerza atómica (AFM)

Para determinar el tamaño de las NPMs se realizó el análisis por microscopía de fuerza atómica, como resultado se obtuvieron varias imágenes, de ellas se escogió las mejores que se muestran en la Figura 3-3, para analizar el tamaño de partícula se utilizó el programa ImageJ con un total de 143 mediciones (ANEXO B), los resultados del programa nos indican que las NPMs presentan tamaños entre 11 y 69 nm, con un tamaño de partícula promedio de 36 nm. Este resultado muestra que la síntesis de magnetita fue llevada a cabo con éxito, y el material presenta tamaños de escala nanométrica para poder realizar la adsorción correspondiente.

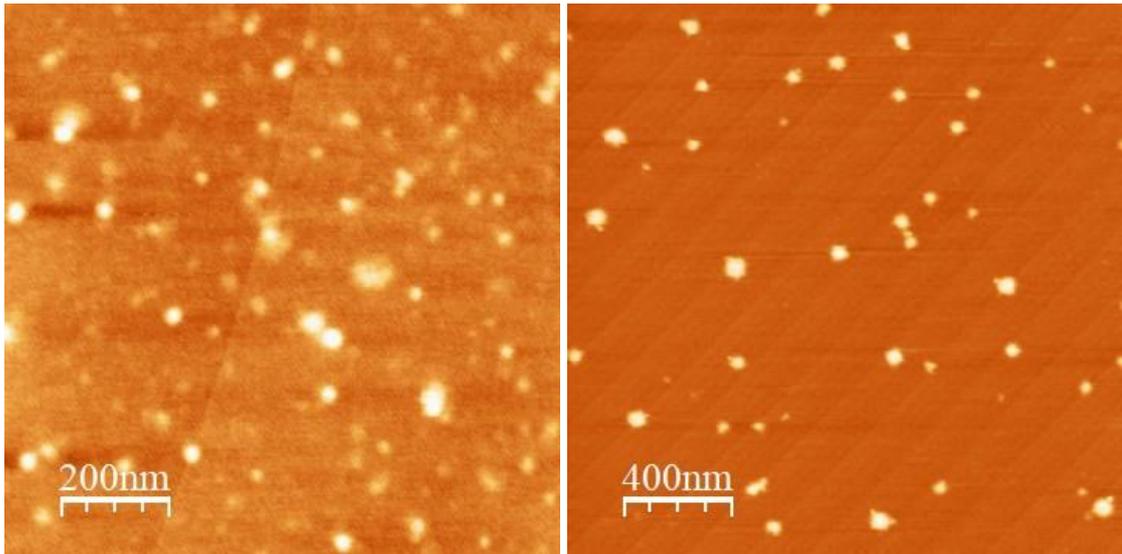


Figura 3-3. Imágenes AFM de las NPMs (magnetita)

Realizado por: Escuela Politécnica Nacional, 2021.

Una vez obtenidos los datos de tamaños de partículas que se pueden observar en las imágenes se realizó la distribución del tamaño mediante un histograma representado en el Gráfico 1-3., que indica como resultado que el porcentaje más representativo de NPMs que corresponde al 78% se encuentra entre 20 y 50 nm, y los porcentajes más bajos presentan diferentes tamaños como: 8% (11 a 20 nm), 8% (51 a 60 nm) y 6 % (61 a 70 nm).

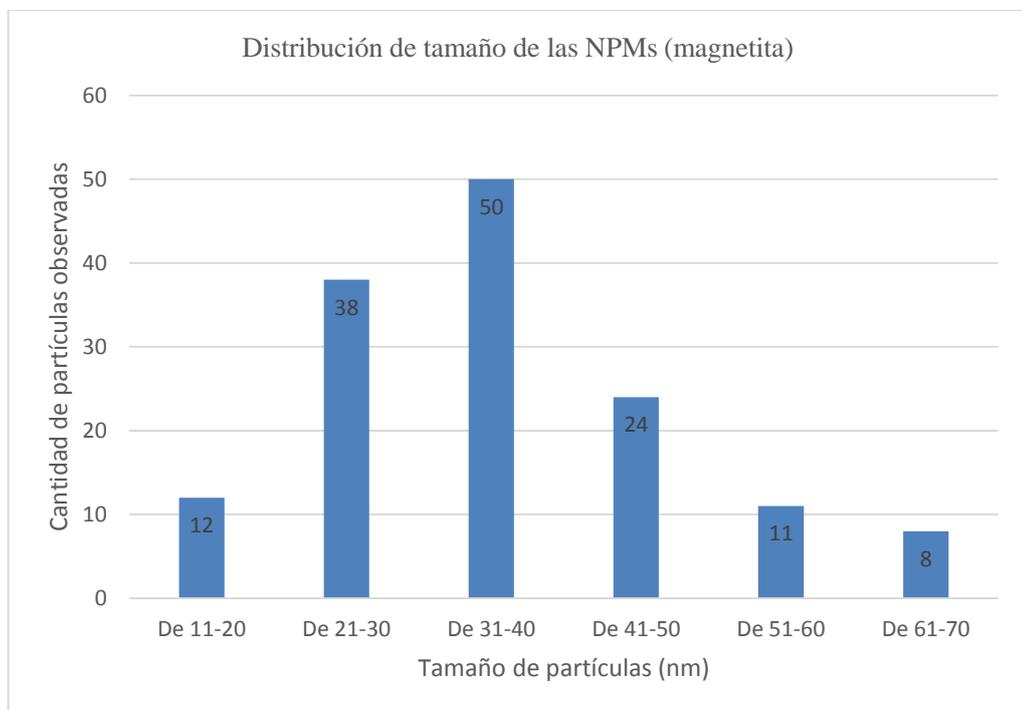


Gráfico 1-3. Distribución de tamaño de las NPMs (magnetita)

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Se tomó en cuenta también al azar una de las NPMs (magnetita), representada en la Figura 4-3., que presenta un tamaño de 40 nm, lo que coincide con el tamaño del porcentaje más representativo de nanopartículas que se encuentra en el rango de 20 a 50 nm.

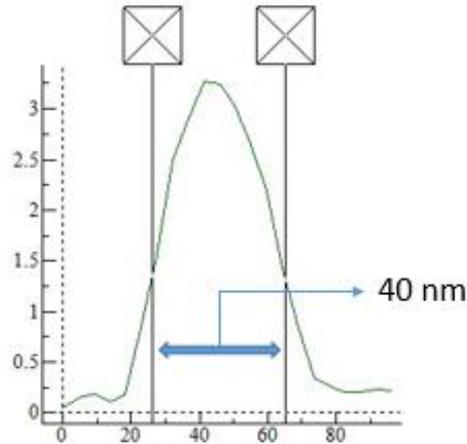


Figura 4-3. Tamaño de una partícula de magnetita tomada al azar

Realizado por: Escuela Politécnica Nacional, 2021.

3.2. Evaluación de la adsorción de As

Para la evaluación de la adsorción de As con magnetita realizado en el primer tratamiento (T1) con 0,5 ml/L de ferrofluido se tienen los resultados de la Tabla 1-3, en la que se identifica el cambio de la concentración y porcentaje de As adsorbido en los diferentes tiempos analizados en las 6 horas de adsorción, se resalta el mayor porcentaje de adsorción logrado que en este caso es de 36,41% a los 15 minutos de contacto con las NPMs, se puede observar el cambio de mejor manera en el Gráfico 2-3.

Tabla 1-3: Adsorción de As con magnetita (0,5 ml/L)

TIEMPO (MIN)	CONCENTRACIÓN As. (ppb)	% ADSORBIDO
0	522,8392	0
5	423,2888	19,04
15	332,4586	36,41
25	415,8035	20,47
40	431,867	17,40
60	428,5588	18,03
120	420,6528	19,54
180	436,248	16,56

240	432,6663	17,25
300	441,2445	15,61
360	448,0731	14,30

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

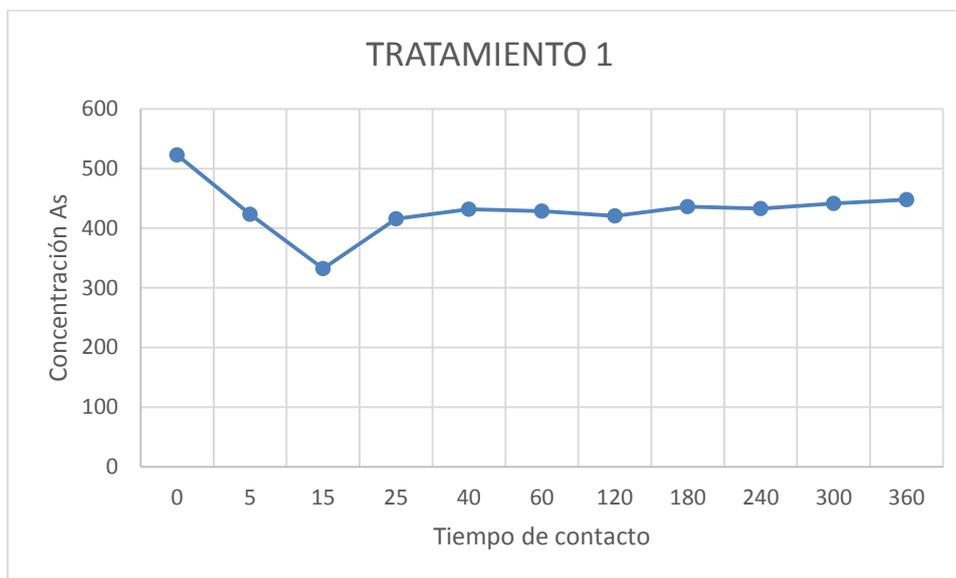


Gráfico 2-3. Cambio de concentración de As respecto al tiempo de contacto con magnetita (T1)

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Se realizaron 3 repeticiones (R1, R2 Y R3) de la adsorción con los tiempos de contacto de 15, 25 y 40 minutos para verificar la tendencia del tratamiento realizado, los resultados de los porcentajes de adsorción se encuentran en la Tabla 2-3.

Tabla 2-3: Porcentajes de adsorción de As para las repeticiones del tratamiento 1

T1	TIEMPO (MIN)		
% ADSORBIDO	15	25	40
R1	36,41	20,47	17,40
R2	34,23	18,37	16,23
R3	35,80	19,06	18,37

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Para la evaluación de la adsorción de As con magnetita realizado en el segundo tratamiento (T2) con 1 ml/L de ferrofluido se tienen los resultados de la Tabla 3-3, en la que se identifica el cambio de la concentración y porcentaje de As adsorbido en los diferentes tiempos analizados en las 6 horas de adsorción, se resalta el mayor porcentaje de adsorción logrado que en este caso es de

27,33 % a los 25 minutos de contacto con las NPMs, se puede observar el cambio de mejor manera en el Gráfico 3-3.

Tabla 3-3: Adsorción de As con magnetita (1 ml/L)

TIEMPO (MIN)	CONCENTRACIÓN As (ppb)	% ADSORBIDO
0	401,467	0
5	385,0905	4,08
15	343,1848	14,52
25	291,7425	27,33
40	325,0659	19,03
60	368,2822	8,27
120	329,7344	17,87
180	331,4008	17,45
240	345,6748	13,90
300	334,1609	16,77
360	330,436	17,69

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

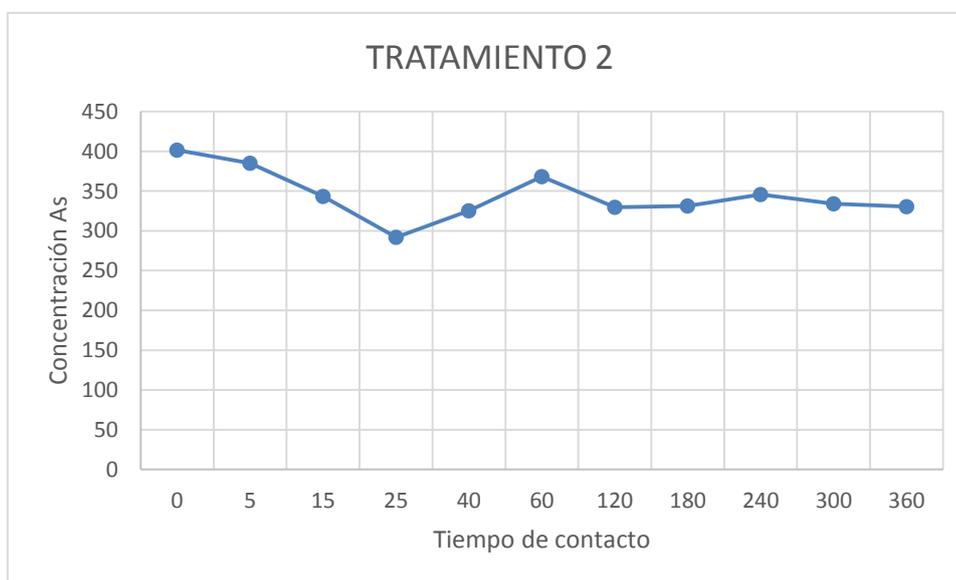


Gráfico 3-3. Cambio de concentración de As respecto al tiempo de contacto con magnetita (T2)

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Se realizaron de igual forma 3 repeticiones (R1, R2 Y R3) de la adsorción con los tiempos de contacto de 25, 40 y 60 minutos para verificar la tendencia del tratamiento realizado, los resultados de los porcentajes de adsorción se encuentran en la Tabla 4-3.

Tabla 4-3: Porcentajes de adsorción de As para las repeticiones del tratamiento 2

T2	TIEMPO (MIN)		
% ADSORBIDO	25	40	60
R1	27,33	19,03	8,27
R2	25,85	18,29	8,06
R3	26,87	17,15	7,71

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Para la evaluación de la adsorción de As con magnetita realizado en el tercer tratamiento (T3) con 2 ml/L de ferrofluido se tienen los resultados de la Tabla 5-3, en la que se identifica el cambio de la concentración y porcentaje de As adsorbido en los diferentes tiempos analizados en las 6 horas de adsorción, se resalta el mayor porcentaje de adsorción logrado que en este caso es de 21,79 % a los 5 minutos de contacto con las NPMs, se puede observar el cambio de mejor manera en el Gráfico 4-3.

Tabla 5-3: Adsorción de As con magnetita (2 ml/L)

TIEMPO (MIN)	CONCENTRACIÓN As (ppb)	% ADSORBIDO
0	410,8867	0
5	321,3465	21,79
15	357,2363	13,06
25	352,4482	14,22
40	352,3217	14,25
60	348,1259	15,27
120	340,9747	17,01
180	347,137	15,52
240	340,1921	17,21
300	339,0243	17,49
360	346,7668	15,61

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

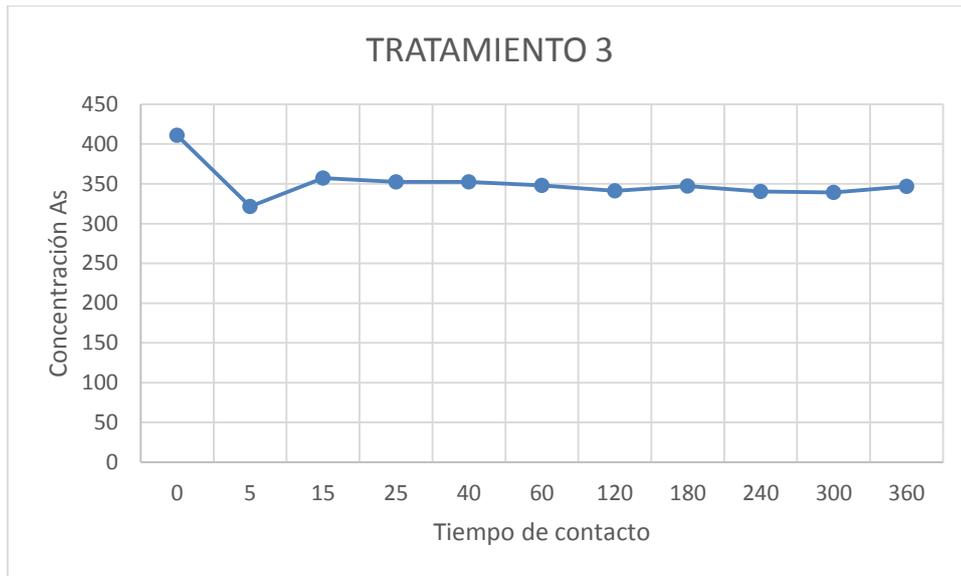


Gráfico 4-3. Cambio de concentración de As respecto al tiempo de contacto con magnetita (T3)

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Se realizaron finalmente 3 repeticiones (R1, R2 Y R3) de la adsorción con los tiempos de contacto de 5, 15 y 25 minutos para verificar la tendencia del tratamiento realizado, los resultados de los porcentajes de adsorción se encuentran en la Tabla 6-3.

Tabla 6-3: Porcentajes de adsorción de As para las repeticiones del tratamiento 3

T3	TIEMPO (MIN)		
	5	15	25
% ADSORBIDO			
R1	21,79	13,06	14,22
R2	20,13	12,65	13,98
R3	19,52	11,17	12,88

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Los tres tratamientos experimentales realizados lograron diferentes porcentajes de adsorción: en el primer tratamiento en el que se utilizó 0,5 ml/L de magnetita se logró una adsorción máxima de 36 % a los 15 minutos de interacción, en el segundo tratamiento, en el cual se utilizó 1 ml/L de magnetita se logró una adsorción máxima de 27 % a los 25 minutos de interacción, y en el tercer tratamiento, en el que se utilizó 2 ml/L de magnetita de logró una adsorción máxima de 22 % a los 5 minutos de interacción.

Tabla 7-3: Porcentajes de adsorción de As de los tres tratamientos realizados

TIEMPO (MIN)	T1	T2	T3
0	0	0	0
5	19	4	22
15	36	15	13
25	20	27	14
40	17	19	14
60	18	8	15
120	20	18	17
180	17	17	16
240	17	14	17
300	16	17	17
360	14	18	16

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Se observa de mejor manera como se lleva a cabo la adsorción comparando los tres tratamientos en el Gráfico 5-3. Se concluye que el mejor tratamiento es el primero, en el que se utilizó 0,5 ml/L de magnetita y se logró una adsorción de 36 % de As presente en el agua a los 15 minutos de interacción, sin embargo se debe parar el procedimiento a este tiempo, ya que si se sigue agitando el material comienza a desorber el As y se logra una eficiencia menor a la obtenida.

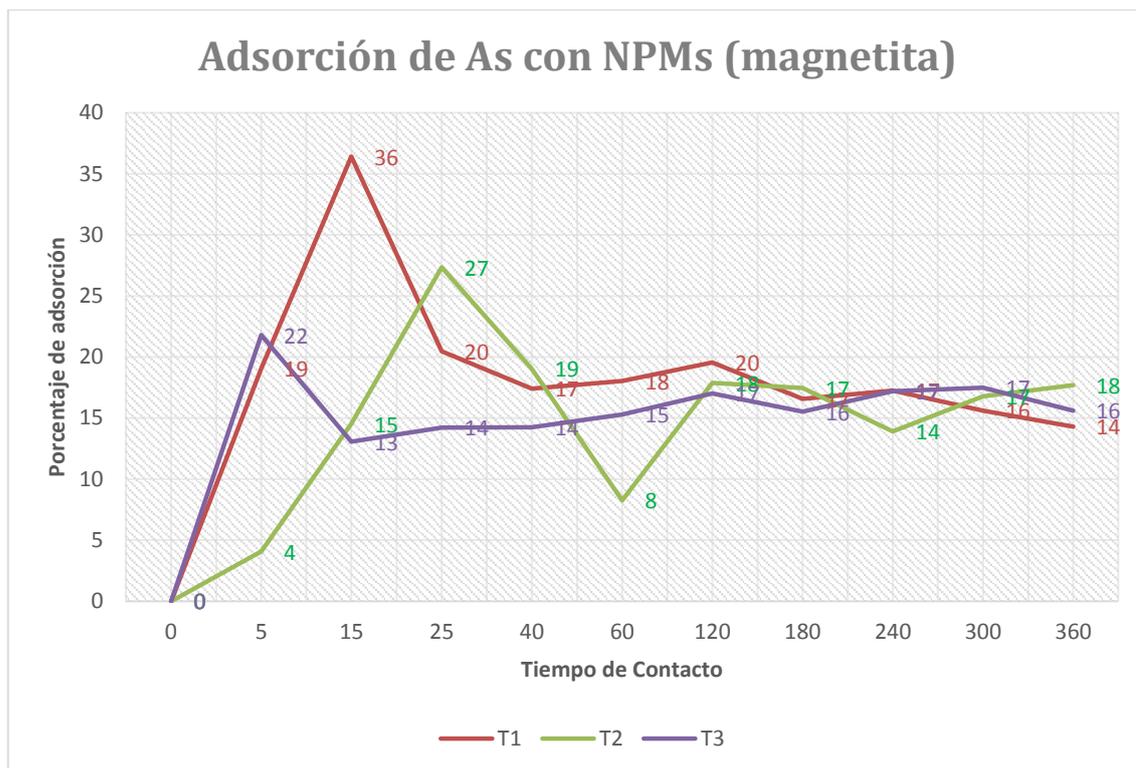


Gráfico 5-3. Comparación de los porcentajes de adsorción de As de los 3 tratamientos realizados: T1, T2 y T3

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

La mejor adsorción lograda de 36% de As presente en agua fue menor a la descrita en trabajos anteriores a esta investigación, lo cual pudo deberse a varias diferencias entre estos y la presente investigación, como por ejemplo:

- El proceso de síntesis por co-precipitación química realizado en este trabajo fue diferente a otro mencionado en los antecedentes de la investigación como el de Alvear, D, et al., (2017), ya que se usó como reactivo solamente cloruro férrico y ningún compuesto ferroso, además, el oxígeno presente puede oxidar las nanopartículas que se forman en el proceso y afectar al magnetismo de las mismas.
- El tamaño de partículas promedio en este trabajo fue de 36 nm y en otro con mejor eficiencia como el de Tapia, N y Huanca, M (2019, p.86), que logró una remoción de As del 53% en pH básico y 87% en pH ácido, los tamaños fueron más uniformes y pequeños de 11 nm o menores, que permiten tener más sitios de contacto para que se produzca una mejor adsorción de As.
- En el trabajo de investigación de Saiz, J (2015, p.168), se utilizaron las NPMs (magnetita) funcionalizadas logrando eliminación de As en más del 93 %, y la sintetizada en esta investigación para la adsorción de As no tuvo ningún tratamiento posterior, solamente se utilizó un surfactante en la síntesis para evitar la aglomeración de nanopartículas

- En las investigaciones mencionadas anteriormente se utilizó magnetita sólida y seca como adsorbente y en este trabajo se usó un ferrofluido, las NPMs en suspensión pueden verse afectadas en sus propiedades magnéticas y por lo tanto presentar un menor porcentaje de adsorción de As.
- Sin embargo, también existen similitudes, por ejemplo en el trabajo de Tapia, N y Huanca, M (2019, p.86), a un tiempo de 8 horas de contacto, se obtuvo un 35 % de adsorción de As y en el trabajo de Saiz, J (2015, p.169), el rendimiento de adsorción simulando la composición de aguas contaminadas reales, es decir en sistemas multicomponente bajó a un aproximado de 30% por las especies competitivas, estos valores se acercan al obtenido en esta investigación del 36% que pudo verse afectado por especies competitivas presentes en el agua de riego de la parroquia de Toacaso

De los tres tratamientos realizados se tomó en cuenta el porcentaje de adsorción más alto obtenido en cada uno y sus repeticiones que se resumen en la Tabla 8-3, para utilizar estos valores en el análisis estadístico y comprobar la influencia de la cantidad de magnetita en el resultado de adsorción de As en aguas contaminadas.

Tabla 8-3: Porcentajes de adsorción de As para los tres tratamientos realizados y sus repeticiones

% ADSORCIÓN As	T1	T2	T3
R1	36,41	27,33	21,79
R2	34,23	25,85	20,13
R3	35,80	26,87	19,52

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

3.3. Análisis Estadístico

Para el análisis estadístico de los datos se realizaron primero las pruebas que permiten comprobar los supuestos necesarios para el análisis ANOVA que son: normalidad, independencia y homocedasticidad (igualdad de varianzas de las subpoblaciones).

Para las pruebas de normalidad, se llevó a cabo el test de Shapiro Wilk, en el que con un p valor o significancia mayor a 0,05 comprueba que los datos analizados provienen de una distribución normal. Los resultados se observan en la tabla 9-3, en donde se evidencia la normalidad de los datos.

Tabla 9-3: Pruebas de Normalidad

Pruebas de normalidad						
	Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
	Estadístico	gl	Sig.	Estadístico	gl	Sig.
T1	,279	3	.	,939	3	,525
T2	,264	3	.	,954	3	,589
T3	,284	3	.	,933	3	,502
a. Corrección de significación de Lilliefors						

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Para el supuesto de independencia se realizó una adecuada toma de muestras del material sobre el que se trabaja, que en este caso es el agua contaminada del canal de riego de la parroquia de Toacaso, en la que se recolectó el agua de lugares al azar que se traducen a un muestreo aleatorio simple, el mismo que asegura la independencia de las puntuaciones entre sí.

Se presenta el resumen de procesamiento de casos que nos muestra el total de casos válidos para el análisis, que son iguales para cada tratamiento que se analiza.

Tabla 10-3: Resumen de procesamiento de casos

Resumen de procesamiento de casos						
	Casos					
	Válido		Perdidos		Total	
	N	Porcentaje	N	Porcentaje	N	Porcentaje
T1	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%
T2	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%
T3	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Para el supuesto de homocedasticidad o igualdad de varianzas de las subpoblaciones, que en este caso son los tres diferentes tratamientos realizados, se llevó a cabo una prueba de homogeneidad de varianzas mediante el test de Levene en el que con un p valor o significancia mayor a 0,05 comprueba que los datos analizados tienen varianzas iguales. Los resultados se observan en la Tabla 11-3, en donde se observa que el valor de significancia indica la igualdad de varianzas en los tratamientos analizados.

Tabla 11-3: Prueba de homogeneidad de varianzas

Prueba de homogeneidad de varianzas					
		Estadístico de Levene	gl1	gl2	Sig.
ADSORCIÓN	Se basa en la media	,473	2	6	,645
	Se basa en la mediana	,117	2	6	,891
	Se basa en la mediana y con gl ajustado	,117	2	5,296	,891
	Se basa en la media recortada	,435	2	6	,666

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

Cumplidos los supuestos necesarios se procedió a realizar el análisis ANOVA, en el que el valor de significancia permite aceptar o rechazar la hipótesis nula, y en su defecto rechazar o aceptar la hipótesis alternativa respectivamente acerca de la influencia de la cantidad de magnetita utilizada sobre el resultado de adsorción de As obtenido, los resultados del análisis estadístico se presentan en la Tabla 12-3.

Tabla 12-3: Análisis ANOVA

ANOVA					
ADSORCIÓN					
	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Entre grupos	340,863	2	170,431	158,849	,0000064
Dentro de grupos	6,437	6	1,073		
Total	347,300	8			

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

El valor de significancia menor a 0,05 permite rechazar la hipótesis nula, y aceptar en su lugar la hipótesis alternativa que indica que la cantidad de NPMs (magnetita) utilizada en cada tratamiento influye en el porcentaje de adsorción de As alcanzado en el experimento.

CONCLUSIONES

- Se utilizó el método de co-precipitación química para sintetizar las NPMs (magnetita), además, con el objetivo de optimizar el proceso se efectuaron ajustes de temperatura y velocidad de agitación, obteniendo una distribución uniforme de tamaños, característica importante del material para llevar a cabo la adsorción de arsénico.
- Para la caracterización de las NPMs (magnetita) se utilizó espectroscopía infrarroja, que mostró vibraciones características de los grupos funcionales presentes en el ferrofluido y la presencia del enlace de Fe y O característico de la magnetita, también se usó microscopía electrónica de barrido para observar el tamaño de las NPMs, sin embargo para nuestra muestra no permitió obtener adecuados resultados, finalmente el microscopio de fuerza atómica, permitió identificar tamaños nanométricos en la muestra sintetizada.
- Las imágenes obtenidas se analizaron con el programa ImageJ, se pudo evidenciar que alrededor del 78 % de nanopartículas observadas se encontraban en un rango de tamaños de 20 a 50 nm y una media de tamaño de 36 nm.
- Una vez tomada la muestra de agua contaminada del canal de riego de la parroquia de Toacaso en el cantón Latacunga, ésta se caracterizó, identificando valores iniciales de contenido de arsénico entre 0,4 y 0,5 mg/L, que es un valor mayor al máximo permisible en aguas de riego, es decir de 0,1 mg/L según la norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes: recurso agua.
- Para valorar el nivel de adsorción de arsénico en aguas contaminadas que presentan las NPMs, se analizaron los tres tratamientos propuestos con diferentes cantidades de ferrofluido. El tratamiento 1 (T1) utilizó 0,5 ml/L y el porcentaje de adsorción más alto fue de 36% a los 15 minutos de interacción, tratamiento 2 (T2) en el que se utilizó 1 ml/L y el porcentaje de adsorción más alto fue de 27% a los 25 minutos de interacción y tratamiento 3 (T3) en el que se utilizó 2 ml/L y el porcentaje de adsorción más alto fue de 22% a los 5 minutos de interacción.
- Como parte final del trabajo se realizó la caracterización de las aguas tratadas mediante adsorción, y se evidenció que la contaminación con arsénico se redujo un 36% en el mejor tratamiento aplicando la magnetita sintetizada en ferrofluido.

RECOMENDACIONES

- Examinar las variables que interfirieron en la presente investigación para lograr mayores porcentajes de adsorción y llegar a cumplir con las normas de calidad del agua utilizando un tratamiento de adsorción de As con NPMs (magnetita).
- Modificar el modelo de síntesis propuesto para lograr tamaños más pequeños y uniformes de NPMs (magnetita) que puedan ser aplicadas al tratamiento de aguas contaminadas con As y así lograr mejores resultados de adsorción.
- Realizar nuevos estudios utilizando recubrimientos en la magnetita para proporcionarle más estabilidad y disminuir el riesgo de oxidación que puede interferir en las aplicaciones para el tratamiento de aguas contaminadas.
- Utilizar magnetita seca en lugar de ferrofluido para la adsorción de As y comprobar si mejoran los resultados de adsorción comparándolos con los de esta investigación.

BIBLIOGRAFÍA

ACUÑA, Andrea; et al. "Selección teórica de adsorbentes potenciales naturales de bajo costo para la remoción de arsénico en el agua de consumo humano en Costa Rica". *Tecnología en Marcha* [en línea], 2016, (Costa Rica) 29 (6), pp. 23-34. [Consulta: 12 abril 2021]. ISSN 0379-3982. Disponible en: <https://doi.org/10.18845/tm.v29i6.2899>

ALKA, Sadiya; et al. "Arsenic removal technologies and future trends: A mini review". *Journal of Cleaner Production* [en línea], 2021, 278 (123805), pp. 1-14. [Consulta: 12 febrero 2021] ISSN 09596526. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123805>

ALVEAR, D; et al. "Síntesis y Caracterización de Nanopartículas de Magnetita". *Revista Politécnica*, vol. 39, no. 2 (2017), (Ecuador) pp. 61-66.

AMETA, Suresh; & y AMETA, Rakshit. *Advanced Oxidation Processes for Wastewater Treatment: Emerging Green Chemical Technology*. Rajasthan - India: Elsevier Science, 2018. ISBN 9780128105252. p.5

BRUNE, H; et al. *Nanotechnology. Assessment and perspectives*. Germany: Springer, 2010. ISBN-13 978-3-540-32819-3. p.25

CABRERA, María; et al. "Arsénico en el agua". *GALILEO*, vol. 23 (2013), (Ecuador) pp. 128-134.

CARRILLO, Francisco; et al. "Adsorción de Cromo y Arsénico en Óxidos de Hierro". *Revista Científica de la Universidad Autónoma de Coahuila*, vol. 6, no. 12 (2014). (México) pp. 1-4

CHULLUNCUY, Nadia. "Tratamiento de agua para consumo humano". *Revista de la Facultad de Ingeniería Industrial* [en línea], 2011, (Perú) 29, pp. 153-170. [Consulta: 30 marzo 2021]. ISSN 1025-9929. Disponible en: <https://doi.org/10.26439/ing.ind2011.n029>

CORONADO, José Antonio; et al. "Inorganic arsenic exposure and type 2 diabetes mellitus in Mexico". *Environmental Research* [en línea], 2007, (México) 104 (3), pp. 383-389. [Consulta: 16 febrero 2021]. ISSN 00139351. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.envres.2007.03.004>

DI IORIO, Erika; et al. "Characterization of magnetite nanoparticles synthesized from Fe(II)/nitrate solutions for arsenic removal from water". *Journal of Environmental Chemical Engineering* [en línea], 2019, 7 (2), pp. 1-9. [Consulta: 15 febrero 2021]. ISSN 22133437. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.102986>

FERNÁNDEZ, Germán. *Determinación estructural* [en línea]. Oviedo - España: 2014. [Consulta: 08 junio 2020]. Disponible en: <http://www.quimicaorganica.net>.

FLORA, Swaran. *Arsenic. Handbook of Arsenic Toxicology* [en línea]. Gwalior - India: Elsevier Inc., 2015. [Consulta: 16 febrero 2021]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-418688-0.00001-0>

FLORES URQUIZO, I. A; et al. "Desarrollo de nanopartículas magnéticas $Fe^{+3}_2 X^{+2}_1 O_4$ (X= Fe, Co y Ni) recubiertas con amino silano". *Revista mexicana de ingeniería biomédica* [en línea], 2017, (México) 38 (1), pp. 402-411. [Consulta: 22 octubre 2021]. ISSN 0188-9532. Disponible en: [dx.doi.org/10.17488/RMIB.38.1.36](https://doi.org/10.17488/RMIB.38.1.36)

GARCÍA, Fernando; & LUCIANO, Carlos. *Waste water treatment technologies and recent analytical developments* [en línea]. Rijeka - Croatia: IntechOpen, 2013. [Consulta: 12 marzo 2021]. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.5772/34443>

IMBAGO PULAMARÍN, Cinthya Vanessa ; & OÑA LUGMAÑA, Evelyn Andrea. Biorremediación de agua contaminada con arsénico proveniente de la parroquia Toacaso, mediante el uso de *Pleurotus ostreatus*, *Trichoderma harzianum* y *Pseudomonas aeruginosa*. (Trabajo de titulación). (Ingeniería). [en línea] Universidad Politécnica Salesiana, Ingeniería en biotecnología de los recursos naturales. Quito - Ecuador. 2019. pp. 5-10 [Consulta: 15 febrero 2021]. Disponible en: <https://dspace.ups.edu.ec/handle/123456789/17415>

IPOHORSKI, Miguel; & BOZZANO, Patricia B. "Microscopía electrónica de barrido en la caracterización de materiales". *Ciencia e Investigación*, vol. 63, no. 3 (2013), (Argentina) pp. 43-53

JAIN, C.K.; & SINGH, R.D. "Technological options for the removal of arsenic with special reference to South East Asia". *Journal of Environmental Management* [en línea], 2012, (India) 107, pp. 1-18. [Consulta: 13 febrero 2021]. ISSN 03014797 Disponible en: DOI 10.1016/j.jenvman.2012.04.016.

KUMAR, Rahul; et al. "Emerging technologies for arsenic removal from drinking water in rural and peri-urban areas: Methods, experience from, and options for Latin America". *Science of the Total Environment* [en línea], 2019, 694. [Consulta: 13 febrero 2021] ISSN 18791026. Disponible en: DOI 10.1016/j.scitotenv.2019.07.233.

MAISANCHE, Fabián. *Senagua analizará el agua de cuatro parroquias del norte de Latacunga ante la posible presencia de arsénico* [en línea]. Latacunga - Ecuador: El Comercio, 13 de marzo, 2019. [Consulta: 11 febrero 2021]. Disponible en: <https://www.elcomercio.com/actualidad/ecuador/senagua-agua-latacunga-analisis-arsenico.html>

MAJEWSKI, Peter; & THIERRY, Benjamin. "Functionalized Magnetite Nanoparticles - Synthesis , Properties , and Bio-Applications". *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences* [en línea], 2007, (Australia) 32 (3-4) pp. 203-215. [Consulta: 15 febrero 2021]. ISSN 15476561. Disponible en: <https://doi.org/10.1080/10408430701776680>

MARIMON, Wilfredo. Ingeniería de nanopartículas magnéticas para la remoción de metales pesados en aguas (Trabajo de titulación) (Doctorado) [en línea]. Pontificia Universidad Javeriana, Facultad de Ingeniería. Bogotá - Colombia. 2018. pp. 4-7. [Consulta: 01 abril 2021]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/10554/39649>

MEJÍA SANTILLÁN , Mirian Esther. Interacción de nanoestructuras de magnetita con arsénico, implicaciones en las propiedades físicas (Trabajo de titulación) (Maestría). [en línea] Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Ciencias Físicas, Unidad de Posgrado. Lima - Perú. 2018. pp. 7-10. [Consulta: 20 abril 2021]. Disponible en: <https://hdl.handle.net/20.500.12672/10122>

MONÁRREZ CORDERO, B. E.; et al. "Remoción de arsénico (III y V) de agua utilizando nanopartículas magnéticas sintetizadas por la técnica AACVD". Centro de Investigación en Materiales Avanzados S.C., Laboratorio Nacional de Nanotecnología. [en línea], 2014, (México). [Consulta: 12 abril 2021]. Disponible en: <https://cimav.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1004/923/1/-%20POSTER%20DE%20DIVULGACION%206.pdf>

NERENBERG, Kara A.; et al. "Hypertension Canada's 2018 Guidelines for Diagnosis, Risk Assessment, Prevention, and Treatment of Hypertension in Adults and Children". *Canadian Journal of Cardiology* [en línea], 2018, (Canada) 34 (5), pp. 506-525. [Consulta: 20 marzo 2021]. ISSN 0828282X. Disponible en: DOI 10.1016/j.cjca.2018.02.022.

NOVAL, Virginia E.; et al. "Magnetita (Fe_3O_4): Una estructura inorgánica con múltiples aplicaciones en catálisis heterogénea". *Revista Colombiana de Química* [en línea], 2017, (Colombia) 46 (1), pp. 42-59. [Consulta: 22 marzo 2021]. ISSN 0120-2804. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.15446/rev.colomb.quim.v46n1.62831>

PATEL, Himanshu. "Fixed-bed column adsorption study: a comprehensive review". *Applied Water Science* [en línea], 2019, 9 (3). [Consulta: 22 marzo 2021]. ISSN 2190-5487. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s13201-019-0927-7>

PINCHA, Gualberto. *Diagnóstico De La Parroquia Toacaso Componentes Biofísico Y Socio-Cultural* [en línea]. Toacaso: GAD Parroquial, 2017. [Consulta: 20 febrero 2021]. Disponible en: <http://toacaso.gob.ec/cotopaxi/wp-content/uploads/2017/06/DIAGNOSTICO-FINAL-GADPR-TOACASO-2015-2016-A.pdf>

RAMASAMY, Santhini; & LEE, Janice S. *Arsenic Risk Assessment. Handbook of Arsenic Toxicology* [en línea]. Gwalior - India: Elsevier Inc., 2015. [Consulta: 16 febrero 2021]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-418688-0.00004-6>

RANGEL MONTOYA, Edelweiss Airam; et al. "Impacto del arsénico en el ambiente y su transformación por microorganismos". *Terra Latinoamericana* [en línea], 2015, (México) 33 (2), pp. 103-118. [Consulta: 24 febrero 2021]. ISSN 2395-8030. Disponible en: http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0187-57792015000200103

SAIZ CONDE, Juan. *Diseño de nanoadsorbentes magnéticos funcionalizados para la eliminación de arsénico de aguas subterráneas contaminadas (Trabajo de titulación) (Doctorado)*. [en línea]. Universidad de Cantabria, Departamento de Ingenierías Química y Biomolecular. (Santander - España). 2015. pp. 166-170. [Consulta: 16 febrero 2021]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-418688-0.00004-6>

SARKAR, Arpan; & PAUL, Biswajit. "The global menace of arsenic and its conventional remediation - A critical review". *Chemosphere* [en línea], 2016, (India) 158, pp. 37-49. [Consulta: 13 febrero 2021]. ISSN 18791298. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.05.043>

SELVAM, S.; et al. *Arsenic contamination* [en línea]. Elsevier Inc., 2019. [Consulta: 18 febrero 2021]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815413-7.00023-7>

SEPÚLVEDA SAA, Rodrigo. "El arsénico en la contaminación de aguas subterráneas". *Ciencia UANL* [en línea], 2009, (México) 12 (3), pp. 239-244. [Consulta: 20 febrero 2021]. ISSN 1405-9177. Disponible en: <https://www.redalyc.org/pdf/402/40211814002.pdf>

SHURVELL, H.F. *Spectra- Structure Correlations in the Mid- and Far-Infrared* [en línea]. Ontario - Canada: John Wiley & Sons, Ltd., 2006. [Consulta: 20 febrero 2021]. Disponible en: <https://doi.org/10.1002/0470027320.s4101>

SKOOG, Douglas A.; et al. *Principios de análisis instrumental*. 6. México - México: Cengage Learning Editores, 2008. ISBN 9786074813906. pp. 589-621

SOFFRITTI, Morando; et al. "Results of a long-term carcinogenicity bioassay on Sprague-Dawley rats exposed to sodium arsenite administered in drinking water". *Annals of the New York Academy of Science* [en línea], 2006. (Italy) 1076, pp. 578-591. DOI 10.1196/annals.1371.075. [Consulta: 17 febrero 2021]. ISSN 17496632. Disponible en: <https://nyaspubs.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1196/annals.1371.075>

SUN, Shouheng; & ZENG, Hao. "Size-Controlled Synthesis of Magnetite Nanoparticles". *Journal of the American Chemical Society* [en línea], 2002, (USA) 124 (28), pp. 8204-8205. [Consulta: 18 febrero 2021]. Disponible en: <https://doi.org/10.1021/ja026501x>

TAPIA, Norma; & HUANCA, Marisela. Remoción de arsénico en agua proveniente del rio Tambo sector Quelgua con nanoparticulas de óxido de hierro soportadas en zeolita (Trabajo de titulación) (Ingeniería). [en línea] Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa, Facultad de Ingeniería de Procesos, Escuela Profesional de Ingeniería Química. (Arequipa - Perú). 2019. pp.86-90 [Consulta: 11 marzo 2021]. Disponible en: <http://repositorio.unsa.edu.pe/handle/UNSA/10259>

TOALA CADENA, Paola Ivonne. Inactivación de Fósforo en Aguas Eutróficas mediante la aplicación de Nanopartículas Magnéticas de Hierro (Magnetita) (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel) [en línea] Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Escuela de Física y Matemática. (Riobamba - Ecuador). 2019. pp. 43-45 [Consulta: 16 abril 2020]. Disponible en: <http://dspace.epoch.edu.ec/handle/123456789/10274>

UNGUREANU, Gabriela; et al. "Arsenic and antimony in water and wastewater: Overview of removal techniques with special reference to latest advances in adsorption". *Journal of*

Environmental Management [en línea], 2015, (Portugal) 151, pp. 326-342. [Consulta: 12 febrero 2021]. ISSN 10958630. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jenvman.2014.12.051>

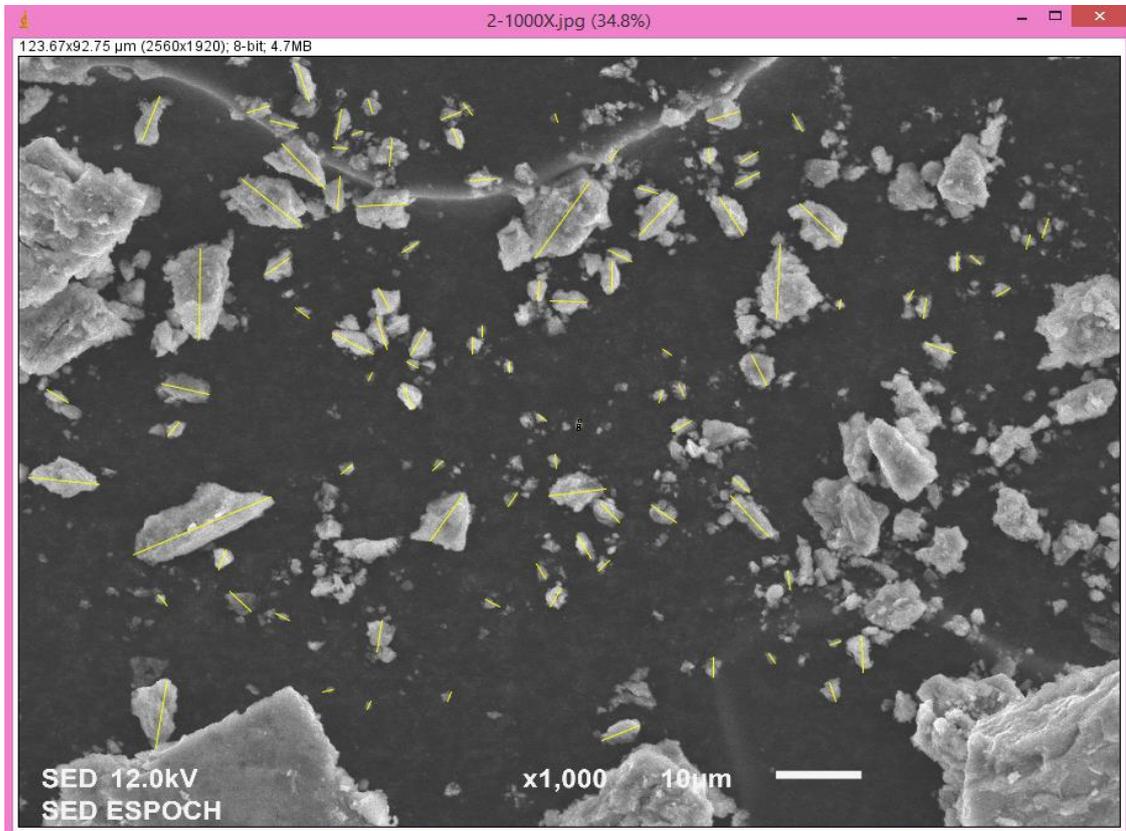
URQUIJO, J.; et al. "Preparación y Caracterización de un Ferrofluido". Revista Colombiana de Física [en línea], 2009, (Colombia) 41, pp. 99-101. [Consulta: 21 octubre 2021]. ISSN 0120-2650. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=3174424>

VERA MORENO, Francisco Salvador. Síntesis Y Caracterización De Nanopartículas Magnéticas De Hierro (Magnetita) (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel) [en línea] Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Escuela de Física y Matemática. (Riobamba - Ecuador). 2018. pp. 77-78 [Consulta: 25 marzo 2020]. Disponible en: <http://dspace.esPOCH.edu.ec/handle/123456789/8971>

WALLYN, Justine; et al. "Synthesis, principles, and properties of magnetite nanoparticles for in vivo imaging applications—A review". Pharmaceutics [en línea], 2019, (Francia) 11 (11), pp. 1-29. [Consulta: 25 febrero 2021]. ISSN 19994923. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics11110601>

ANEXOS

ANEXO A. ANÁLISIS EN IMAGEJ DE LOS RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE MAGNETITA CON MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO



1		0.819	165.932	64.177	218.898	24.295	16.908
2		0.532	151.106	104.000	220.586	-90.757	10.967
3		0.427	161.410	114.406	220.323	-40.533	8.772
4		0.350	156.167	97.000	214.091	-48.814	7.189
5		0.203	153.018	73.000	205.535	-95.315	4.173
6		0.264	160.229	112.714	217.571	4.086	5.424
7		0.229	183.730	114.468	216.995	-71.378	4.690
8		0.140	188.824	154.800	214.395	7.853	2.828
9		0.110	193.030	160.454	213.736	-70.769	2.200
10		0.119	137.692	79.000	188.096	23.499	2.423
11		0.089	110.119	60.000	160.600	-57.171	1.782
12		0.086	138.260	115.333	156.366	-72.072	1.726
13		0.180	140.390	78.000	167.220	-100.574	3.686
14		0.156	136.948	60.061	192.667	-96.911	3.212
15		0.061	132.044	116.000	142.840	21.371	1.193
16		0.077	142.550	84.000	180.812	-5.356	1.553
17		0.149	142.087	74.139	174.115	-15.573	3.059
18		0.131	167.018	119.000	199.961	18.104	2.643

19		0.273	156.570	100.000	187.156	-110.152	5.609
20		0.254	184.155	73.000	223.500	-28.695	5.232
21		0.168	167.618	97.000	195.692	37.030	3.449
22		0.142	175.326	59.000	208.280	-64.290	2.895
23		0.203	168.908	58.042	214.591	-74.511	4.161
24		0.168	177.646	128.000	213.546	-116.928	3.414
25		0.075	125.717	60.000	162.992	-33.179	1.501
26		0.056	101.285	65.000	127.437	-118.811	1.103
27		0.098	92.746	62.000	120.084	-39.094	1.992
28		0.259	139.287	87.000	185.826	-13.658	5.319
29		0.103	172.900	134.000	201.791	-131.186	2.054
30		0.380	177.739	113.000	222.020	-5.323	7.811
31		0.124	184.305	70.000	237.254	-109.134	2.506
32		0.390	151.117	102.214	213.365	-99.009	8.022
33		0.079	138.229	62.463	182.231	-52.431	1.585
34		0.163	107.874	65.000	151.660	-45.000	3.348
35		0.093	106.645	58.613	158.095	-30.466	1.906
36		0.180	146.297	72.329	177.953	-100.574	3.686
37		0.317	166.179	102.000	208.404	-123.808	6.512
38		0.091	126.187	67.000	153.839	-57.995	1.823
39		0.089	136.584	63.784	190.000	-85.365	1.793
40		0.135	211.442	180.979	246.579	-66.140	2.747
41		0.063	175.333	86.000	227.000	-90.000	1.256
42		0.077	139.100	61.045	181.833	-106.189	1.559
43		0.082	154.736	123.377	173.638	-65.695	1.643
44		0.058	104.118	66.000	133.750	-34.992	1.179
45		0.196	146.188	105.498	197.197	-67.433	4.028
46		0.121	165.881	60.000	209.955	-146.929	2.479
47		0.163	155.577	66.000	184.836	-36.703	3.314
48		0.308	155.921	77.000	206.786	-50.250	6.346
49		0.070	135.071	59.000	184.000	53.531	1.382
50		0.117	152.427	101.000	188.163	86.496	2.372
51		0.098	173.714	90.000	214.000	90.000	1.981
52		0.072	137.767	106.000	168.800	138.991	1.472
53		0.093	124.455	70.000	160.116	30.466	1.906
54		0.079	116.672	58.620	153.405	74.291	1.606
55		0.114	123.128	78.438	174.104	75.379	2.297
56		0.054	155.844	73.000	196.475	76.608	1.043
57		0.432	172.779	89.239	211.685	86.579	8.905
58		0.117	174.883	81.000	197.199	-40.855	2.363
59		0.313	166.695	66.000	214.102	6.483	6.418
60		0.149	168.659	62.000	212.217	133.069	3.042
61		0.147	170.125	91.724	225.804	123.179	3.001
62		0.126	167.419	94.000	222.888	60.524	2.553
63		0.084	156.843	72.000	216.767	-138.504	1.677

64		0.091	163.564	73.000	231.000	90.000	1.836
65		0.198	169.702	59.857	225.714	92.045	4.061
66		0.054	164.899	69.000	210.736	140.528	1.064
67		0.140	149.696	60.000	188.037	146.853	2.827
68		0.051	107.250	68.966	139.061	58.570	1.019
69		0.058	98.171	65.250	137.802	14.621	1.148
70		0.058	82.976	61.000	112.750	62.354	1.145
71		0.084	123.233	63.959	158.800	154.885	1.707
72		0.093	109.622	69.000	139.026	59.534	1.906
73		0.110	191.740	130.000	231.217	-93.731	2.227
74		0.191	159.026	55.815	200.222	-2.121	3.916
75		0.182	192.295	160.000	224.000	90.000	3.720
76		0.254	170.467	76.000	200.432	121.781	5.228
77		0.296	179.045	108.000	223.278	48.857	6.094
78		0.096	189.351	109.000	219.000	97.125	1.947
79		0.329	160.926	87.000	235.857	134.421	6.764
80		0.110	150.699	63.000	188.764	-145.620	2.224
81		0.149	155.151	108.000	188.820	24.520	3.027
82		0.114	157.769	66.000	197.000	163.072	2.323
83		0.152	155.782	60.000	202.626	153.034	3.090
84		0.063	114.407	73.000	150.000	90.000	1.256
85		0.098	151.782	67.000	188.521	30.964	1.972
86		0.117	142.489	80.000	177.628	104.036	2.390
87		0.219	154.389	97.111	225.731	-154.537	4.495
88		0.070	122.761	65.655	151.829	119.249	1.384
89		0.061	134.735	79.000	149.176	-158.629	1.193
90		0.107	146.966	75.356	194.560	-79.695	2.160
91		0.173	172.667	71.000	205.772	161.565	3.514
92		0.112	121.119	60.213	153.962	-60.709	2.271
93		0.051	81.998	61.122	103.415	106.699	1.009
94		0.184	170.936	102.000	216.254	17.049	3.790
95		0.082	176.174	93.000	216.500	58.173	1.649
96		0.530	139.685	88.942	199.828	55.818	10.920
97		0.089	118.405	69.000	167.354	45.000	1.776
98		0.117	128.840	90.000	174.000	90.000	2.367
99		0.079	108.067	63.394	142.660	45.000	1.571
100		0.047	126.534	82.000	140.482	74.476	0.902
101	Mean	0.161	149.120	84.286	189.536	0.785	3.286
102	SD	0.123	26.558	25.855	31.246	87.533	2.551
103	Min	0.047	81.998	55.815	103.415	-158.629	0.902
104	Max	0.819	211.442	180.979	246.579	163.072	16.908

Realizado por: Macías, Karen, 2021.

**ANEXO B. ANÁLISIS EN IMAGEJ DE LOS RESULTADOS DE LA
CARACTERIZACIÓN DE MAGNETITA CON
MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA**



1		111.067	201.571	136.986	244.842	71.565	35.628
2		111.067	205.520	130.000	241.426	63.435	37.789
3		103.134	231.487	201.333	246.000	75.964	34.840
4		111.067	234.667	167.333	251.333	90.000	36.616
5		150.734	238.887	201.333	250.741	83.660	51.011
6		126.934	197.499	137.333	246.089	66.801	42.902
7		103.134	220.186	151.333	249.750	104.036	34.840
8		126.934	187.167	144.333	216.667	90.000	42.249
9		79.334	191.078	140.333	218.889	-77.471	25.968
10		111.067	182.995	133.333	202.229	-22.620	36.616
11		95.200	190.953	140.667	221.014	-68.199	30.336
12		79.334	208.542	153.667	240.078	-122.005	26.572
13		206.267	188.526	144.667	204.501	158.629	69.565
14		126.934	207.630	144.000	243.465	74.055	41.011
15		111.067	167.661	113.333	202.154	94.399	36.724
16		111.067	184.822	131.000	218.260	-71.565	35.628
17		87.267	160.679	135.667	179.067	-101.310	28.724

18		79.334	165.400	135.889	188.333	-108.435	26.721
19		158.667	198.236	146.000	238.584	-34.509	54.689
20		103.134	194.262	120.667	232.815	-70.017	32.968
21		79.334	169.433	115.000	199.667	-90.000	25.350
22		103.134	143.974	114.333	155.667	-90.000	33.799
23		119.000	160.384	125.000	174.333	-45.000	39.833
24		111.067	155.296	114.667	193.497	-108.435	35.628
25		198.334	222.162	141.333	249.938	62.354	66.772
26		95.200	158.944	140.000	169.333	-90.000	30.983
27		87.267	192.576	169.000	212.000	-90.000	28.166
28		111.067	229.539	173.000	250.568	-116.565	37.789
29		119.000	214.394	156.333	248.524	98.130	39.833
30		103.134	221.167	138.000	250.500	94.764	33.917
31		103.134	175.475	154.000	195.667	109.983	32.968
32		79.334	164.867	135.667	184.333	90.000	25.350
33		134.867	164.360	121.667	188.250	119.745	45.417
34		71.400	172.593	147.667	184.000	90.000	22.533
35		111.067	162.345	123.000	189.063	108.435	35.628
36		103.134	166.308	145.667	185.000	90.000	33.799
37		103.134	158.470	131.333	176.667	124.992	34.381
38		87.267	192.209	143.333	223.300	84.289	28.307
39		95.200	154.316	122.000	178.129	26.565	31.491
40		79.334	182.305	143.333	206.284	-116.565	25.193
41		87.267	176.019	138.333	196.167	23.962	27.741
42		95.200	176.500	142.667	196.333	90.000	30.983
43		142.800	193.493	154.667	218.843	57.265	46.878
44		119.000	181.852	144.333	207.214	-4.086	39.533
45		95.200	194.528	164.667	210.000	-90.000	30.983
46		134.867	182.525	128.667	214.561	-55.305	44.535
47		119.000	159.435	121.333	186.571	-81.870	39.833
48		95.200	157.034	136.667	169.402	56.310	30.466
49		103.134	151.288	143.667	161.333	85.236	33.917
50		87.267	135.612	111.333	149.473	-113.962	27.741
51		71.400	180.852	138.667	200.333	-90.000	22.533
52		87.267	152.095	144.667	158.400	-60.945	28.999
53		119.000	134.927	116.286	149.524	-12.095	40.328
54		87.267	153.094	143.667	161.000	-95.711	28.307
55		111.067	166.215	150.000	185.162	-122.471	36.724
56		87.267	165.095	137.333	183.333	-60.945	28.999
57		103.134	153.866	134.667	164.750	-55.008	34.381
58		111.067	154.162	135.917	167.320	-57.529	36.724
59		95.200	138.690	117.000	155.518	-52.125	32.114
60		79.334	136.900	117.000	154.000	-90.000	25.350
61		87.267	198.022	148.333	229.907	-126.870	28.166
62		103.134	129.759	103.000	147.083	-70.017	32.968

63		87.267	124.912	99.667	140.000	-106.699	29.406
64		103.134	136.018	114.667	151.153	-65.556	34.033
65		87.267	164.467	139.467	179.000	5.711	28.307
66		79.334	143.350	124.333	157.926	-35.538	24.229
67		79.334	154.833	126.000	168.667	-90.000	25.350
68		111.067	145.684	135.933	155.481	-18.435	35.628
69		111.067	137.981	121.556	153.306	135.000	35.850
70		126.934	147.509	133.667	160.960	23.199	42.902
71		111.067	191.464	144.667	221.941	131.987	37.894
72		79.334	143.421	124.333	158.086	32.005	26.572
73		71.400	135.380	124.333	145.208	140.194	21.999
74		71.400	130.102	123.667	138.333	-14.036	23.226
75		126.934	143.729	137.333	157.667	0.000	42.249
76		134.867	143.527	123.000	163.500	42.510	45.851
77		134.867	147.102	136.333	163.805	-68.199	45.504
78		95.200	146.540	129.333	167.879	-79.695	31.491
79		111.067	143.812	125.667	156.093	-63.435	37.789
80		71.400	147.370	131.667	156.458	7.125	22.708
81		111.067	187.018	158.000	213.221	-45.000	35.850
82		87.267	144.227	121.000	156.667	-66.038	27.741
83		71.400	144.051	133.000	151.000	172.875	22.708
84		134.867	134.912	123.667	140.771	-104.931	43.726
85		79.334	155.289	130.333	167.889	-96.340	25.506
86		95.200	143.551	121.333	155.686	-68.199	30.336
87		63.467	143.492	132.333	151.503	-153.435	18.894
88		63.467	139.065	125.333	150.095	-81.870	19.917
89		79.334	139.804	119.074	150.815	-96.340	25.506
90		55.534	139.675	127.333	150.500	-99.462	17.133
91		126.934	215.217	172.000	237.889	-74.055	41.011
92		119.000	132.814	127.333	140.310	-59.744	39.130
93		63.467	139.042	126.667	147.667	-90.000	19.716
94		79.334	128.880	116.000	140.370	-159.444	24.065
95		111.067	172.782	140.667	198.974	-98.746	37.047
96	Mean	102.549	168.188	135.854	188.063	-14.965	33.642
97	SD	25.596	28.337	17.374	34.821	86.683	9.015
98	Min	55.534	124.912	99.667	138.333	-159.444	17.133
99	Max	206.267	238.887	201.333	251.333	172.875	69.565

Realizado por: Macías, Karen, 2021.



1		470.489	185.073	117.000	218.546	-51.340	74.239	57,095
2		369.670	186.649	133.333	223.000	-113.962	57.095	62,437
3		403.277	169.134	109.333	213.562	-68.199	62.437	46,738
4		302.457	178.120	126.333	209.292	172.875	46.738	40,580
5		504.096	206.219	136.333	232.796	-21.038	80.744	67,605
6		268.851	129.125	103.000	156.333	-90.000	40.580	46,739
7		436.883	176.297	107.667	208.222	-30.964	67.605	57,388
8		302.457	191.738	151.667	210.667	-150.255	46.738	44,149
9		369.670	214.098	178.000	239.333	-45.000	57.388	34,783
10		302.457	200.064	135.000	225.427	-23.199	44.149	38,888
11		235.245	186.000	147.000	204.667	-90.000	34.783	49,869
12		268.851	159.573	112.333	185.986	-153.435	38.888	46,377
13		336.064	190.172	134.000	221.947	-35.538	49.869	28,986
14		302.457	138.074	107.000	164.667	-90.000	46.377	35,262
15		201.638	162.389	135.333	177.333	-90.000	28.986	61,624
16		235.245	159.778	105.667	188.667	-99.462	35.262	46,738
17		403.277	166.763	107.667	206.972	-41.186	61.624	28,986
18		302.457	198.727	167.333	219.333	-29.745	46.738	23,188
19		201.638	148.680	123.000	162.547	36.870	28.986	57,388
20		168.032	162.200	140.667	171.000	0.000	23.188	69,806
21		369.670	189.725	109.000	235.800	-45.000	57.388	18,332

22		436.883	210.506	139.000	238.583	41.634	69.806	40,580
23		134.426	167.139	142.000	185.444	71.565	18.332	49,530
24		268.851	185.958	142.667	207.333	-90.000	40.580	59,685
25		336.064	163.321	116.000	197.704	-69.444	49.530	37,120
26		369.670	200.085	137.000	229.733	29.055	59.685	28,986
27		235.245	145.955	112.667	174.833	-51.340	37.120	49,869
28		201.638	165.127	118.667	205.267	-53.130	28.986	23,902
29		470.489	211.605	150.000	245.174	38.660	74.239	53,447
30		336.064	180.461	134.000	202.391	35.538	49.869	41,803
31		168.032	150.850	110.333	173.333	-75.964	23.902	23,188
32		336.064	192.372	121.000	228.000	-49.399	53.447	58,230
33		504.096	210.237	143.000	235.857	30.256	80.536	54,690
34		268.851	167.162	125.667	195.422	-33.690	41.803	61,624
35		168.032	121.733	114.000	130.333	0.000	23.188	53,447
36		369.670	187.824	138.667	217.067	5.711	58.260	35,262
37		336.064	207.644	117.000	240.288	32.005	54.690	16,397
38		403.277	207.469	148.667	239.865	-41.186	61.624	37,120
39		336.064	154.030	105.667	193.222	-40.601	53.447	52,495
40		235.245	125.238	108.000	138.500	-80.538	35.262	60,524
41		134.426	130.815	122.000	136.000	-45.000	16.397	33,803
42		235.245	171.659	119.667	198.741	-128.660	37.120	18,332
43		470.489	201.722	133.333	232.939	-32.471	75.585	17,391
44		336.064	184.570	127.667	214.370	-83.660	52.495	11,594
45		369.670	211.685	169.000	227.400	16.699	60.524	17,391
46		235.245	132.845	112.667	145.667	-59.036	33.803	16,397
47		134.426	112.278	107.333	118.778	-161.565	18.332	23,902
48		134.426	147.167	123.333	163.000	-90.000	17.391	18,332
49		100.819	122.000	115.000	126.000	-90.000	11.594	
50		134.426	111.917	103.667	117.667	-90.000	17.391	
51		470.489	207.218	132.000	235.976	-116.565	77.776	
52		134.426	116.389	112.667	119.000	-45.000	16.397	
53		168.032	134.133	128.667	143.833	-75.964	23.902	
54		134.426	111.000	101.667	116.667	-71.565	18.332	
55	Mean	293.745	169.421	126.284	193.527	-45.041	44.836	40,792
56	SD	111.972	30.880	17.833	38.457	61.045	19.108	
57	Min	100.819	111.000	101.667	116.667	-161.565	11.594	
58	Max	504.096	214.098	178.000	245.174	172.875	80.744	

Realizado por: Macías, Karen, 2021.



esPOCH

Dirección de Bibliotecas y
Recursos del Aprendizaje

*UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y
DOCUMENTAL*

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 07 / 03 / 2022

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)
Nombres – Apellidos: <i>Karen Elizabeth Macias Erazo</i>
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: <i>Ciencias</i>
Carrera: <i>Ingeniería Química</i>
Título a optar: <i>Ingeniera Química</i>
f. Analista de Biblioteca responsable: <i>Ing. Leonardo Medina Ñuste MSc.</i>

LEONARDO
FABIO MEDINA
NUSTE

Firmado digitalmente por LEONARDO
FABIO MEDINA NUSTE
Nombre de reconocimiento (DN): cn=EC,
o=BANCO CENTRAL DEL ECUADOR,
ou=ENTIDAD DE CERTIFICACION DE
INFORMACION-ECIBCE, l=QUITO,
serialNumber=000621485,
cn=LEONARDO FABIO MEDINA NUSTE
Fecha: 2022.03.07 11:49:56 -05'00'



0262-DBRA-UTP-2022