



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA QUÍMICA

**“ADSORCIÓN DE AZUL DE METILENO EN SOLUCIÓN USANDO
ZEOLITA NATURAL IMPREGNADA CON OG y OGr”**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

QUÍMICA

AUTORAS: CYNTHIA VANESA CENTENO SANCHEZ

SHIRLEY NICOLE POMASQUI CHACHA

DIRECTORA: Ing. GABRIELA VIVIANA TUBÓN USCA PhD.

Riobamba-Ecuador

2022

© 2022, Cyntia Vanesa Centeno Sánchez & Shirley Nicole Pomasqui Chacha

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 de Autor.

Nosotras, CYNTIA VANESA CENTENO SÁNCHEZ y SHIRLEY NICOLE POMASQUI CHACHA, declaramos que el presente Trabajo de Integración Curricular es de nuestra autoría y los resultados de este son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autoras asumimos la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 29 de junio del 2022




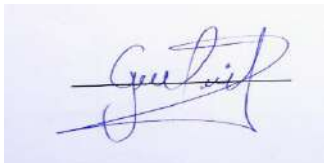
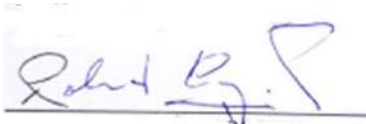
Cynthia Vanesa Centeno Sánchez
CI: 060463300-8



Shirley Nicole Pomasqui Chacha
CI: 060565163-7

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA QUÍMICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular; Tipo: Proyecto de Investigación, **ADSORCIÓN DE AZUL DE METILENO EN SOLUCIÓN USANDO ZEOLITA NATURAL IMPREGNADA CON OG y OGr** , realizado por las señoritas: **CYNTIA VANESA CENTENO SÁNCHEZ Y SHIRLEY NICOLE POMASQUI CHACHA** ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal de Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales en tal virtud el Tribunal autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Dr. Fabián Ernesto Arias Arias PhD. PRESIDENTE DEL TRIBUNAL		2022-06-29
Ing. Gabriela Viviana Tubón Usca PhD. DIRECTORA DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2022-06-29
Dr. Robert Alcidez Cazar Ramírez MsC. MIEMBRO DEL TRIBUNAL		2022-06-29

DEDICATORIA

El presente trabajo está dedicado a Dios y a mis padres, Luis y Nancy, ya que gracias a ellos he logrado culminar mi carrera, puesto que siempre estuvieron brindándome su apoyo incondicional y sus buenos consejos para crecer como persona y como profesional. A mis hermanos, por ayudarme cuando necesitaba de ellos y darme sugerencias para mejorar como estudiante. A mis amigos Génesis, Esthefania, Adriana, Michelle y David, quienes han estado presentes en el transcurso de mi carrera creando recuerdos inolvidables, dándome su apoyo y consejos para seguir adelante, y a todas aquellas personas que de alguna manera me ayudaron a cumplir con mi objetivo, el ser profesional.

Vanesa

Principalmente a Dios, por iluminar mi camino y darme la fuerza de voluntad durante toda mi vida académica. A mis padres, Patricio y Martha quienes me han enseñado a no rendirme ante las adversidades y aprender de las derrotas, gracias por confiar indudablemente en mí y luchar a mi lado, ayudándome a cumplir mis objetivos. A mis abuelitos Carlos, Juan, Ana y Mariana, quienes han sido mi inspiración y fortaleza para continuar cuándo las cosas no resultan como planeo, son en mi vida el claro ejemplo de perseverancia, abnegación y fortaleza. A mis familiares y amigas que siempre me dieron ánimos y desearon lo mejor para mí. Finalmente, a Sergio quién con su compañía me reconforto y animo durante este proceso.

Nicole

AGRADECIMIENTO

Agradecemos principalmente a Dios por habernos guiado en cada uno de nuestros pasos y permitirnos culminar nuestra carrera universitaria. A la carrera de Química, Facultad de Ciencias-ESPOCH por abrirnos las puertas y darnos los conocimientos suficientes para llevar a cabo este trabajo. Así también a la Ing. Erika Cazorla, Ing. Teobaldo Patiño y Dr. Mauricio Álvarez, técnicos docentes, quienes con su experiencia nos apoyaron durante este proceso. Finalmente, agradecemos a todos los docentes, de manera especial a nuestra directora de tesis, Ing. Gabriela Tubón PhD., a nuestro asesor Dr. Robert Cazar y a la Dra. Magdy Echeverria por brindarnos sus conocimientos y guiarnos para terminar el presente trabajo.

Vanesa & Nicole

TABLA DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xii
ÍNDICE DE GRÁFICAS.....	xiii
ÍNDICE DE ECUACIONES.....	xvi
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xvii
LISTA DE ABREVIATURAS.....	xviii
RESUMEN.....	xix
ABSTRACT.....	xx
INTRODUCCIÓN.....	1

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL.....	4
1.1. Antecedentes de la investigación.....	4
1.2. Marco Teórico.....	5
1.2.1. Azul de metileno.....	5
1.2.2. Zeolita natural.....	6
1.2.1.1. Clinoptilolita.....	7
1.2.3. Óxido de grafeno (OG).....	8
1.2.4. Método de Hummers.....	9
1.2.5. Óxido de grafeno reducido (OGr).....	11
1.2.6. Adsorción.....	12
1.2.7. Factores que influyen en la adsorción.....	12
1.2.7.1. Efecto de la temperatura.....	13
1.2.7.2. Efecto del pH.....	13
1.2.7.3. Efecto del tiempo de contacto.....	13
1.2.7.4. Efecto de la concentración de adsorbato.....	13
1.2.8. Cinética de Adsorción.....	13
1.2.8.1. Modelo de pseudo primer orden.....	14
1.2.8.2. Modelo de pseudo segundo orden.....	14
1.2.9. Isotermas de adsorción.....	15

1.2.9.1. <i>Isoterma de Langmuir</i>	16
1.2.9.2. <i>Isoterma de Freundlich</i>	17
1.2.9.3. <i>Isoterma de Temkin</i>	17
1.2.9.4. <i>Isoterma de Dubinin-Radushkevich</i>	18
1.2.10. <i>Espectroscopía UV visible</i>	18
1.2.11. <i>Espectrofotometría FT-IR</i>	19
1.2.12. <i>Microscopía electrónica de barrido</i>	19

CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO.....	20
2.1. Métodos.....	20
2.1.1. <i>Método deductivo</i>	20
2.1.2. <i>Método cuasi experimental</i>	20
2.2. Técnicas	21
2.2.1. <i>Materiales y Reactivos</i>	21
2.2.1.1. <i>Reactivos</i>	21
2.2.1.2. <i>Materiales</i>	21
2.3. Síntesis de óxido de grafeno.....	21
2.4. Síntesis de óxido de grafeno reducido	22
2.5. Obtención del nanocompuesto	22
2.6. Estandarización de soluciones de Azul de metileno	23
2.7. Pruebas de adsorción.....	23
2.7.1. <i>Efecto del tiempo de contacto</i>	23
2.7.2. <i>Efecto del pH</i>	23
2.7.3. <i>Efecto de la concentración de AM</i>	24
2.7.4. <i>Efecto de la temperatura</i>	24
2.7.5. <i>Isotermas de adsorción</i>	24

CAPÍTULO III

3. MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	25
3.1. Caracterizaciones	25
3.1.1. <i>Óxido de grafeno</i>	25

3.1.1.1. Espectroscopía UV visible	25
3.1.1.2. Espectroscopía FT-IR.....	26
3.1.1.3. Espectroscopía de rayos X dispersiva (EDS).....	27
3.1.1.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	28
3.1.2. Zeolita natural	28
3.1.2.1. Espectroscopía UV visible	28
3.1.2.2. Espectroscopía FT-IR.....	29
3.1.2.3. Espectroscopía de rayos X dispersiva (EDS).....	30
3.1.2.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	31
3.1.3. Zeolita natural impregnada con óxido de grafeno	31
3.1.3.1. Espectroscopía UV visible	31
3.1.3.2. Espectroscopía FT-IR.....	32
3.1.3.3. Espectroscopía de rayos X dispersiva (EDS).....	33
3.1.3.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	34
3.1.4. Óxido de grafeno reducido	35
3.1.4.1. Espectroscopía UV-visible.....	35
3.1.4.2. Espectroscopía FT-IR.....	35
3.1.4.3. Espectroscopía de rayos X (EDS)	36
3.1.4.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	37
3.1.5. Zeolita impregnada con óxido de grafeno reducido	37
3.1.5.1. Espectroscopía Uv-visible	37
3.1.5.2. Espectroscopía FT-IR.....	38
3.1.5.3. Espectroscopía de rayos X dispersiva (EDS).....	39
3.1.5.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	40
3.2. Curva de calibración de AM	40
3.3. Pruebas de adsorción	41
3.3.1. Tiempo de contacto	41
3.3.1.1. Zeolita impregnada con óxido de grafeno (ZOG).....	41
3.3.1.2. Zeolita impregnada con óxido de grafeno reducido (ZOGr).....	52
3.3.2. Efecto del pH	62
3.3.2.1. ZOG (Z:1000mg; OG:10mg/mL)	62
3.3.2.2. ZOGr (Z:1000mg; OGr:5mg/mL)	66
3.3.3. Efecto de la concentración	71
3.3.3.1. ZOG (Z:1000mg; OG:10mg/mL), azul de metileno a pH 9	71

3.3.3.2. ZOGr (Z:1000mg; OGr:5mg/mL), azul de metileno a pH 7	77
3.4.1. Efecto de la temperatura	83
3.4.1.1. ZOG (Z:1000mg; OG:10mg/mL), AM 25 ppm y pH 9	83
3.4.1.2. ZOGr (Z:1000mg; OG:5mg/mL), AM 25 ppm y pH 7	87
3.5. Isotermas de adsorción	93
3.5.1. Isotermas de adsorción de AM con ZOG a 25°C	93
3.5.2. Isotermas de adsorción de AM con ZOG a 40°C	94
3.5.3. Isotermas de adsorción de AM con ZOGr a 25°C	95
3.5.4. Isotermas de adsorción de AM con ZOGr a 40°C	97
3.6. Análisis estadístico	98
3.6.1. Análisis de Varianza del efecto del tiempo de contacto usando ZOG	98
3.6.2. Análisis de Varianza del efecto del tiempo de contacto usando ZOGr	99
3.6.3. Análisis de varianza para el efecto de la pH usando ZOG	100
3.6.4. Análisis de varianza para el efecto del pH usando ZOGr	101
3.6.5. Análisis de varianza para el efecto de la concentración usando ZOG	103
3.6.6. Análisis de varianza para el efecto de la concentración usando ZOGr	104
3.6.7. Análisis de varianza para el efecto de la temperatura usando ZOG	105
3.6.8. Análisis de varianza para el efecto de la temperatura usando ZOGr	106
CONCLUSIONES	108
RECOMENDACIONES	109
GLOSARIO	
BIBLIOGRAFÍA	

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-3:	Resultados del análisis EDS del OG.	27
Tabla 2-3:	Resultados del análisis EDS de la zeolita	30
Tabla 3-3:	Resultados análisis EDS de ZOG.....	34
Tabla 4-3:	Resultados análisis EDS de OGr.....	37
Tabla 5-3:	Análisis de EDS del ZOGr.	40
Tabla 6-3:	Resultado de tiempo de contacto usando ZOG (10 mg/ml OG)	42
Tabla 7-3:	Resultado de tiempo de contacto usando ZOG (5mg/ml OG).	44
Tabla 8-3:	Resultado de tiempo de contacto usando ZOG.....	45
Tabla 9-3:	Resultado de tiempo de contacto usando ZOG.....	47
Tabla 10-3:	Resultado de tiempo de contacto usando ZOG.	49
Tabla 11-3:	Resultado de tiempo de contacto usando ZOG.	50
Tabla 12-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOGR	52
Tabla 13-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOGR	54
Tabla 14-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOGR	56
Tabla 15-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr	57
Tabla 16-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr	59
Tabla 17-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr	60
Tabla 18-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOG a un pH de 5	62
Tabla 19-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOG a un pH de 7	64
Tabla 20-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOG a un pH de 9	65
Tabla 21-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr a un pH de 5	67
Tabla 22-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr a un pH de 7	68
Tabla 23-3:	Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr a un pH de 9	69
Tabla 24-3:	Resultados de adsorción usando ZOG a 25°C	71
Tabla 25-3:	Resultados de tiempo de contacto usando AM a 50 ppm	73
Tabla 26-3:	Resultados de tiempo de contacto usando AM a 75 ppm	74
Tabla 27-3:	Resultados de tiempo de contacto usando AM a 100 ppm	76
Tabla 29-3:	Resultados de tiempo de contacto usando AM a 50 ppm	79
Tabla 30-3:	Resultados de tiempo de contacto usando AM a 75 ppm.....	80
Tabla 31-3:	Resultados de tiempo de contacto usando AM a 100 ppm	82
Tabla 32-3:	Resultados de adsorción usando ZOG a 25°C	84

Tabla 33-3:	Resultados de adsorción usando ZOG a 40°C	85
Tabla 34-3:	Resultados de adsorción de ZOG a 60°C	86
Tabla 35-3:	Resultados de adsorción usando ZOGr a 25°C	88
Tabla 36-3:	Resultados de adsorción de ZOGr a 40°C	89
Tabla 37-3:	Resultados de adsorción de ZOGr a 60°C	91
Tabla 39-3:	Parámetros de adsorción con ZOG a 40°C	95
Tabla 40-3:	Parámetros de adsorción con ZOGr a 25°C	96
Tabla 41-3:	Parámetros de adsorción con ZOGr a 40°C	97
Tabla 43-3:	Prueba de normalidad para el ANOVA	98
Tabla 44-3:	Prueba de Homocedasticidad para el ANOVA	99
Tabla 45-3:	ANOVA para el tiempo de contacto con ZOGr	99
Tabla 46-3:	Prueba de normalidad para el ANOVA	100
Tabla 47-3:	Prueba de homocedasticidad para el ANOVA	100
Tabla 48-3:	ANOVA para el efecto del pH con ZOG	100
Tabla 49-3:	Prueba de normalidad para el ANOVA	101
Tabla 50-3:	Prueba de Homocedasticidad para el ANOVA	101
Tabla 51-3:	ANOVA para el efecto del pH con ZOGr	102
Tabla 52-3:	Prueba de normalidad para el ANOVA	102
Tabla 53-3:	Prueba de Homocedasticidad para el ANOVA	103
Tabla 54-3:	ANOVA para el efecto de la concentración con ZOG	103
Tabla 56-3:	Prueba de Homocedasticidad para el ANOVA	104
Tabla 57-3:	ANOVA para el efecto de la concentración usando ZOGr	104
Tabla 58-3:	Prueba de normalidad para el ANOVA	105
Tabla 59-3:	Prueba de homocedasticidad para el ANOVA	105
Tabla 60-3:	ANOVA para el efecto de la temperatura usando ZOG	105
Tabla 61-3:	Prueba de normalidad para el ANOVA	106
Tabla 62-3:	Prueba de homocedasticidad para el ANOVA	106
Tabla 63-3:	ANOVA para el efecto de la temperatura usando ZOGr	107
Tabla 64-3:	Prueba de normalidad para el ANOVA	107
Tabla 65-3:	Prueba de homocedasticidad para el ANOVA	107

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1:	Estructura del azul de metileno (AM).....	5
Figura 2-1:	Unidades estructurales básicas de las zeolitas.....	6
Figura 3-1:	Estructura de la clinoptilolita.	8
Figura 4-1:	Proceso de obtención del óxido de grafeno (OG).....	9
Figura 5-1:	Estructura del óxido de grafeno según Lerf-Klinowski.	9
Figura 6-1:	Mecanismo de formación de óxido de grafeno a partir de óxido de grafeno	10
Figura 7-1:	Proceso de oxidación de grafito a óxido de grafeno y reducción a óxido de grafeno reducido.	11

ÍNDICE DE GRÁFICAS

Gráfica 1-2:	Metodología general de la adsorción de AM usando OG y OGr.....	20
Gráfica 1-3:	Espectro UV-visible del óxido de grafeno.....	25
Gráfica 2-3:	Espectro FT-IR del óxido de grafeno.....	26
Gráfica 3-3:	Análisis elemental del OG.....	27
Gráfica 4-3:	Superficie del OG: a) A 60X y b) A 200X.....	28
Gráfica 5-3:	Espectro UV-visible de la zeolita natural.....	29
Gráfica 6-3:	Espectro FT-IR de la zeolita natural.....	29
Gráfica 7-3:	Análisis elemental de la zeolita.....	30
Gráfica 8-3:	Superficie de la zeolita natural (clinoptilolita): a) a 250X y b) a 430X.....	31
Gráfica 9-3:	Espectro UV-visible de 1g de zeolita natural impregnada con OG a 10mg/m.....	32
Gráfica 10-3:	Espectro FT-IR de la zeolita natural impregnada con OG a 10mg/ml.....	33
Gráfica 11-3:	Resultados del análisis elemental de ZOG.....	33
Gráfica 12-3:	SEM de zeolita impregnada con OG a 230X.....	34
Gráfica 13-3:	Espectro UV-visible del OGr.....	35
Gráfica 14-3:	Espectro FT-IR del OGr.....	36
Gráfica 15-3:	Análisis elemental del OGr.....	36
Gráfica 16-3:	SEM del OGr a 330X.....	37
Gráfica 17-3:	Espectro UV-visible del ZOGr con OGr a 5mg/ml.....	38
Gráfica 18-3:	Espectro FT-IR del ZOGr con OGr a 5mg/ml.....	39
Gráfica 19-3:	Análisis elemental del ZOGr.....	39
Gráfica 20-3:	Superficie del nanocompuesto de ZOGr: a) a 550X y b) a 1000X.....	40
Gráfica 21-3:	Curva estándar de calibración de AM.....	41
Gráfica 22-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG (10mg/ml de OG) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	43
Gráfica 23-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG (5mg/ml de OG) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	44
Gráfica 24-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG (2,5mg/ml de OG) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	46
Gráfica 25-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG (10mg/ml de OG) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	48

Gráfica 26-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG (5mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	49
Gráfica 27-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG (2,5mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	51
Gráfica 28-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr (10mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	53
Gráfica 29-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr (5 mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	55
Gráfica 30-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr (2,5 mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	56
Gráfica 31-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr (10mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	58
Gráfica 32-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr (5mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	59
Gráfica 33-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr (2,5mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	61
Gráfica 34-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG, pH 5 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	63
Gráfica 35-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG, pH 7 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	64
Gráfica 36-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG, pH 9 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	66
Gráfica 37-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr, pH 5 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	67
Gráfica 38-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr, pH 7 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	69
Gráfica 39-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr, pH 9 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	70
Gráfica 41-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	73
Gráfica 42-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	75
Gráfica 43-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	76

Gráfica 44-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	78
Gráfica 45-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	79
Gráfica 46-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	81
Gráfica 47-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	82
Gráfica 48-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	84
Gráfica 49-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG a 40°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	86
Gráfica 50-3:	a) Cinética de adsorción de ZOG a 60°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	87
Gráfica 51-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	88
Gráfica 52-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr a 40°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	90
Gráfica 53-3:	a) Cinética de adsorción de ZOGr a 60°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.....	92
Gráfica 55-3:	Isotermas de adsorción a 60 min. a) Modelo de Langmuir. b) Modelo de Freundlich. c) Modelo de Temkin. d) Modelo de Dubinin-Radushkevich.....	94
Gráfica 56-3:	Isotermas de adsorción a 60 min. a) Modelo de Langmuir. b) Modelo de Freundlich. c) Modelo de Temkin. d) Modelo de Dubinin-Radushkevich.....	96
Gráfica 57-3:	Isotermas de adsorción 60 min. b) Modelo de Langmuir. c) Modelo de Freundlich. d) Modelo de Freundlich. d) Modelo de Dubinin-Radushkevich.....	97

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1-1:	Modelo de pseudo primer orden	14
Ecuación 2-1:	Forma lineal de pseudo primer orden	14
Ecuación 3-1:	Modelo de pseudo segundo orden	15
Ecuación 4-1:	Forma lineal de pseudo segundo orden	15
Ecuación 5-1:	Capacidad de adsorción en el equilibrio	15
Ecuación 6-1:	Isoterma de Langmuir	16
Ecuación 7-1:	Forma lineal isoterma de Langmuir.....	16
Ecuación 8-1:	Cálculo de capacidad de adsorción máxima	16
Ecuación 9-1:	Cálculo de la constante de Langmuir.....	16
Ecuación 10-1:	Cálculo del factor de separación en el equilibrio	16
Ecuación 11-1:	Forma lineal isoterma de Freundlich	17
Ecuación 12-1:	Forma lineal isoterma de Temkin	17
Ecuación 13-1:	Ecuación isoterma de Dubinin-Raduskevich.....	18
Ecuación 14-1:	Ecuación de la energía potencial de la superficie.....	18
Ecuación 15-1:	Forma lineal isoterma de Dubinin-Raduskevich.....	18

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: FICHA TÉCNICA DE LA ZEOLITA NATURAL

ANEXO B: PROCESO DE SÍNTESIS DE OG Y OGR

ANEXO C: IMPREGNACIÓN DE ZEOLITA NATURAL CON OG Y OGR

ANEXO D: PRUEBAS DE ADSORCIÓN DE AM

ANEXO E: EQUIPOS USADOS PARA LA CARACTERIZACIÓN

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

OG:	Óxido de grafeno
OGr:	Óxido de grafeno reducido
Z:	Zeolita natural
ZOG:	Zeolita natural impregnado con óxido de grafeno
ZOGr:	Zeolita natural impregnada con óxido de grafeno reducido
KMnO₄:	Permanganato de potasio
H₂SO₄:	Ácido sulfúrico
H₂O₂:	Peróxido de hidrogeno
HCl:	Ácido clorhídrico
UV visible:	Ultraviolet-visible spectroscopy (Espectroscopia ultravioleta-visible)
FT-IR:	Fourier transform infrared spectroscopy (Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier)
SEM:	Scanning Electron Microscope (Microscopia Electrónica de Barrido)
g:	gramos
nm:	nanómetro
mg/ml:	miligramos por mililitro
mg/g:	miligramo por gramo
mg/L:	miligramos por litro
qt:	capacidad de adsorción en un tiempo

RESUMEN

En el presente trabajo se adsorbió azul de metileno (AM) en solución usando zeolita natural (Z) impregnada con óxido de grafeno (ZOG) y óxido de grafeno reducido (ZOGr) en diferentes condiciones. Para ello, el óxido de grafeno (OG) se sintetizó mediante el método de Hummers modificado, el óxido de grafeno reducido (OGr), mediante un método ecológico, usando ácido ascórbico como agente reductor. Usando un agitador magnético por 1.30 horas se impregno la zeolita (500 y 1000 mg), con 20 ml de OG y OGr a 10mg/ml, 5mg/ml y 2,5mg/ml. Posteriormente, los materiales se caracterizaron mediante espectroscopía FT-IR y UV-visible, y su morfología mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). Además, se realizaron pruebas de cinética de adsorción para cada nanocompuesto, se evaluó el efecto del tiempo de contacto (5, 10, 15, 20, 30, 60 y 120 min), pH (6, 7 y 9), concentración de AM (25, 50, 75 y 10 ppm) y temperatura (25, 40 y 60°C), los experimentos se realizaron por triplicado. La concentración final de AM se midió usando espectroscopía UV-visible. Así, estudiando el tiempo de contacto luego de 120 min se alcanzó una mayor capacidad de adsorción de 97,87 mg/g y 89,345mg/g para ZOG y ZOGr respectivamente; esto para ZOG (Z:1000mg y OG:10mg/ml) y ZOGr (Z:1000mg y OGr: 5mg/ml). Al evaluar el efecto del pH se identificó una mayor capacidad de adsorción (92,487mg/g) a pH 9 para ZOG y 96,043 mg/g a pH 7 para ZOGr. Para el efecto de la concentración, los mejores resultados se obtuvieron a 25ppm, para ZOG (20.78mg/g) y ZOGr (21,176mg/g). Variando la temperatura los mejores resultados fueron a 60°C para ZOG (21,759mg/g) y a 25°C para ZOGr (17,373 mg/g). Finalmente, se recomienda realizar más estudios relacionados a los factores que influyen en la impregnación de la zeolita con OG y OGr.

Palabras clave: <QUÍMICA>, <AZUL DE METILENO>, < ADSORCIÓN>, <ZEOLITA>, <ÓXIDO DE GRAFENO>, < ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO>, < CINÉTICA>.

REVISADO

11 JUL 2022

Ing. Jhonatan Parreño Uquillas, MBA
(ANALISTA DE BIBLIOTECA I)



1445-DBRA-UTP-2022

ABSTRACT

In the present work, methylene blue (MB) was adsorbed in solution using natural zeolite (Z) impregnated with graphene oxide (ZGO) and reduced graphene oxide (ZrGO) under different conditions. To do this, graphene oxide (GO) was synthesized using the modified Hummers method, reduced graphene oxide (rGO), using an ecological method, using ascorbic acid as reducing agent. Using a magnetic stirrer for 1.30 hours, the zeolite (500 and 1000 mg) was impregnated with 20 ml of GO and rGO at 10mg/ml, 5mg/ml and 2,5mg/ml. Subsequently, the materials were characterized by FT-IR and UV-visible spectroscopy, and their morphology by scanning electron microscopy (SEM). In addition, adsorption kinetics tests were performed for each nanocomposite, the effect of contact time (5, 10, 15, 20, 30, 60 and 120 min), pH (6, 7 and 9), MB concentration (25, 50, 75 and 10 ppm) and temperature (25, 40 and 60°C) were evaluated, the experiments were carried out in triplicate. The final concentration of MB was measured using UV-visible spectroscopy. Thus, studying the contact time after 120 min, a greater adsorption capacity of 97,87 mg/g and 89,345 mg/g was achieved for ZGO and ZrGO, respectively; this for ZOG (Z:1000mg and GO:10mg/ml) and ZOGr (Z:1000mg and rGO: 5mg/ml). When evaluating the effect of pH, a higher adsorption capacity (92,487mg/g) was identified at pH 9 for ZGO and 96,043mg/g at pH 7 for ZrGO. For the effect of concentration, the best results were obtained at 25ppm, for ZGO (20,78mg/g) and ZrGO (21,176mg/g). Varying the temperature, the best results were at 60°C for ZGO (21,759mg/g) and at 25°C for ZrGO (17,373mg/g). Finally, it is recommended to carry out more studies related to the factors that influence the impregnation of the zeolite with GO and rGO.

Keywords: <CHEMISTRY>, <METHYLENE BLUE>, <ADSORPTION>, <ZEOLITE>, <GRAPHENE OXIDE>, <REDUCED GRAPHENE OXIDE >, <KINETICS>.



Handwritten signature and ID number: 060395704-4

INTRODUCCIÓN

Planteamiento del problema

Enunciado del problema

Numerosos cuerpos de agua se ven afectados por la presencia de azul de metileno proveniente de aguas residuales de industrias textiles dedicadas a la tinción de algodón, seda, papel, cuero y madera; este colorante puede provocar efectos serios en la salud del hombre y animales, impedir los procesos fotosintéticos de las plantas y generar la pérdida de los nutrientes del suelo, por lo cual es imprescindible llevar a cabo tratamientos de aguas residuales no convencionales capaces de remover el azul de metileno y que a su vez sean económicos, efectivos y de fácil operación (Figueroa et al., 2012, pp.1-4) (Carrillo, Y., & Herrera, J. 2017. pp 12-27).

Formulación del problema

¿Es viable la adsorción de azul de metileno usando zeolita natural impregnada con óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido en diferentes condiciones de tiempo de contacto, concentración, pH y temperatura?

Justificación

El presente trabajo está dirigido a proponer una alternativa a la remediación ambiental, así como lo señala el objetivo seis de la agenda 2030 para el desarrollo sustentable, el cuál sugiere que todos deben disponer de agua libre de contaminantes y gestionada de manera sostenible (Cárdenas, 2019, p.65). todos deben disponer de agua libre de contaminantes y gestionada de manera sostenible “garantizar la disponibilidad y la gestión sostenible del agua y el saneamiento para todos” (Cárdenas, 2019, p.65). Con relación a lo último, se plantea un método donde los nanomateriales sintetizados a partir del carbono prevén dotar de capacidades adicionales a la zeolita natural, creando un nanocompuesto que pueda servir como un sistema adsorbente alternativo. En base a lo descrito, se propone desarrollar un método que pueda cuantificar el porcentaje de adsorción de azul de metileno utilizando óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido impregnado en zeolita natural.

Se iniciara la parte experimental partiendo de la síntesis de óxido de grafeno con el método de Hummers modificado, donde como materia prima se empleará grafito para al final obtener oxido de

grafeno, de este nanomaterial se deriva la obtención del óxido de grafeno reducido mediante vitamina C que es un método no invasivo para el investigador, posteriormente se impregnara la zeolita con los materiales sintetizados creando un sistema adsorbente que será caracterizado mediante las técnicas espectroscópicas UV- visible y FT-IR. Mientras que, la técnica de microscopia de barrido electrónica (SEM) permitirá observar la morfología del nanocompuesto. La capacidad de adsorción del nanocompuesto será probada en función de los parámetros de tiempo de contacto, temperatura, pH y concentración del azul de metileno.

En la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo se cuenta con los laboratorios especializados, donde se puede sintetizar óxido de grafeno (OG) y óxido de grafeno reducido (OGr), para posteriormente impregnarlos sobre zeolita natural, así como efectuar los análisis espectroscópicos fundamentales para establecer la interacción entre estas dos. Por otra parte, las proponentes eventualmente cubrirán los costos de reactivos o la zeolita natural para llevar a cabo esta experimentación.

Objetivos de la investigación

Objetivo General

Adsorber azul de metileno en solución evaluando el efecto del tiempo de contacto, concentración, pH, temperatura usando zeolita natural impregnada con óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido.

Objetivos Específicos

- Sintetizar óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido mediante el método de Hummers modificado y vitamina C.
- Caracterizar la zeolita natural, el óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido impregnados con la zeolita natural mediante técnicas de espectroscopía y microscopía disponible.
- Establecer la efectividad de adsorción del azul de metileno en solución evaluando la influencia del tiempo de contacto, concentración, pH y temperatura usando zeolita natural impregnada con óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido.

Hipótesis

H_0 = No es viable la adsorción de azul de metileno usando zeolita natural impregnada con óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido en diferentes condiciones de tiempo de contacto, concentración, pH y temperatura

H_a = Es viable la adsorción de azul de metileno usando zeolita natural impregnada con óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido en diferentes condiciones de tiempo de contacto, concentración, pH y temperatura.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

1.1. Antecedentes de la investigación

En la industria textil cuantiosos colorantes son empleados para diversos fines, y muchos de estos son descargados sin tratamiento previo debido a que los métodos existentes para el tratamiento de aguas residuales son costosos, de difícil operación o generan compuestos de degradación tóxicos y cancerígenos. Entre las técnicas de eliminación de colorantes de uso textil están los métodos químicos, biológicos y físicos. En cuanto a los métodos químicos, se ha demostrado que no es efectivo cuando los colorantes son muy solubles como es el caso del azul de metileno (AM), los tratamientos biológicos tienen limitaciones para eliminar colorantes de efluentes de manera continua y los tratamientos físicos en su mayoría son costosos y conducen a la generación de lodos o la formación de subproductos, siendo la adsorción el método más eficaz; sobre todo si el adsorbente es barato y muestra una alta capacidad de adsorción para la eliminación de colorantes de las aguas residuales (Castellar, G. et al., 2013, p. 263-264). El azul de metileno ha sido objeto de varios estudios ya que es un colorante que usualmente no es biodegradable, es resistente a agentes oxidantes y la luz, siendo difícil de remover con métodos tradicionales por lo que diversos autores mencionan el uso de materiales con poder adsorbente como la zeolita natural, óxido de grafeno (OG) y óxido de grafeno reducido (OGr) e incluso Ramírez (2021, p. 4) menciona el uso de un compuesto de zeolita con OG.

El óxido de grafeno se sintetiza a partir del grafito por el método de Hummers modificado por medio de una combinación de ácido sulfúrico y permanganato de potasio, siendo muy utilizado debido a su elevada área superficial (Tovar, 2017, p.36). Así, Muralidhara H.B. et al. (2011, pp.270-277) estudió la adsorción de OG y OGr en AM demostrando que el OG presenta una adsorción eficaz para colorantes aniónicos y catiónicos como el AM, finalmente Chaparro et al. (2014, pp. 133-138) menciona que al estudiar la adsorción del colorante azul del metileno con óxido de grafeno, determinó la eficiencia de adsorción del colorante de un 88%.

Otro compuesto de grafeno que constituye una alternativa efectiva para el tratamiento de aguas residuales es el óxido de grafeno reducido (OGr), el cual se obtiene a partir del óxido de grafeno mediante métodos químicos y térmicos para reducir la cantidad de oxígeno Iturbe (2015, p. 26). En este sentido, según Arias et al. (2020, p.2) su trabajo sobre “Adsorción de azul de metileno sobre óxido de grafeno reducido ecológico” busca, a diferencia de otras técnicas, que sus resultados no sean afectados por la interacción del colorante con la luz, no generen inconvenientes para la eliminación de lodos y

además sea de fácil operación, más económico y no atente contra el medio ambiente. De este modo en su trabajo se usa OGr para prevenir una posible adsorción reversible y una limitada remoción de colorante, debido a la débil interacción de AM- OG por el alto carácter hidrofílico que posee el OG con respecto al OGr. Es así como, en base al estudio del efecto del pH, concentración de AM y tiempo de contacto; sobre la cinética de adsorción se encontró que la adsorción disminuye a niveles altos de pH altos, aumenta a concentraciones mayores y saturó pasado treinta minutos. Así también, Angamarca (2020, pp. 42, 47) en su trabajo sobre la adsorción de AM usando OGr, señala que la adsorción es mayor a pH 4-8, a temperatura de 25°C y el tiempo de contacto óptimo se encuentra entre 25 y 30 minutos. Pero no solo el OG y OGr se han usado como materiales adsorbentes, pues Valdés H. et al. (2009, p.360) optan por la zeolita natural en un método de oxidación con ozono, zeolita natural y una combinación de ambos para la remoción de colorantes catiónicos como el AM. Dicho trabajo surge por la necesidad de encontrar métodos económicos de tratamiento de aguas residuales, que combinen la capacidad oxidativa de los procesos de oxidación avanzada (AOPs) y el poder adsorbente de materiales accesibles como las zeolitas naturales. Pudiendo de esta manera encontrar que, el uso de zeolita a niveles de pH de 2-8 aumenta la velocidad de remoción de colorantes catiónicos, mientras que la combinación de procesos de oxidación-adsorción por parte del sistema ozono-zeolita natural incrementa la velocidad de adsorción de azul de metileno en comparación a cuándo se usan los métodos individualmente.

1.2. Marco Teórico

1.2.1. Azul de metileno

El azul de metileno es un colorante muy demandado en la industria, especialmente para tinturar materiales como la seda, algodón y madera. Aunque no se considera perjudicial para la salud, el contacto durante demasiado tiempo provoca efectos negativos para el hombre y ciertos animales. Por otra parte, es un colorante de tipo catiónico, con una fórmula molecular de $C_{16}H_{18}N_3SCl \cdot 3H_2O$ y dentro de sus características físicas se destaca por ser soluble, brillante y notable perduración (Figueroa, D. et.al. 2012. pp. 1-4).

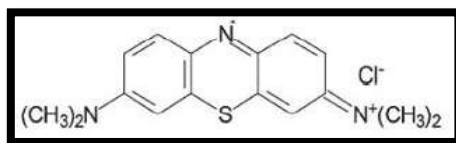


Figura 1-1: Estructura del azul de metileno (AM)

Fuente: (Figueroa, D. et.al. 2012. p.4).

1.2.2. Zeolita natural

Familia de minerales naturales que se forman a partir de la precipitación de fluidos contenidos en sus poros o por la alteración de vidrios volcánicos, al formarse de manera natural rara vez son puras y suelen estar contaminadas por distintos minerales, cuarzo y varios tipos de zeolitas naturales, son aluminosilicatos de metales alcalinos o alcalinotérreos. Poseen una estructura tridimensional con redes del tipo cristalino, conformadas por tetraedros de TO_4 , dónde T pueden ser átomo de Si, Al, B, Ge, Fe, P, Co que se asocian a un átomo oxígeno (O^{2-}) en los vértices. Además, son empleadas para el tratamiento de metales pesados y residuos ácidos de mina y roca presentes en aguas residuales de empresas mineras y metalúrgicas, y como adsorbente son capaces de retener gases de mercurio y manejar la radiación en suelos afectados por centrales nucleares; todo de manera eficaz y económica (Curi, A. et al. ,2006, pp. 111-118), (Fernández, K.2020, pp. 38-41).

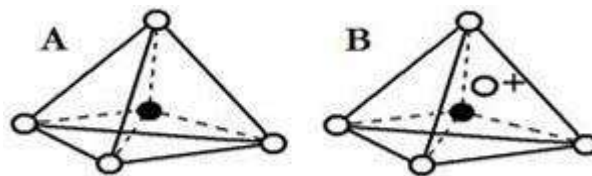


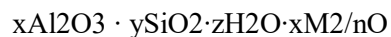
Figura 2-1: Unidades estructurales básicas de las zeolitas.

Fuente: (Curi, A. Et al. ,2006, pp. 111-118).

Nota: A) Estructura tetraédrica con oxígeno en los vértices y átomos de silicio en el centro.

B) Estructura tetraédrica con átomos de Al sustituyendo al Si para compensar la diferencia de carga entre el Si y el Al, estos unidos a un catión monovalente (O^+).

Existen 6 tipos de zeolitas naturales abundantes, tal es el caso de mordenita, phillipsita, analcima, clinoptilolita, chabazita, erionita, y ferrierita), siendo representada por la fórmula que se presenta a continuación: (Blesa, M. 2013., pp. 4-6).



M= ion que recompensa la diferencia de carga al suplir el Si por Al.

n= valencia o estado de oxidación del ion intercambiable (Blesa, M. 2013., pp. 4-6).

La zeolita natural presenta en general las propiedades que se mencionan a continuación:

1. Porosidad: Están formadas por cavidades que poseen dimensiones moleculares que tienen la característica de ser regulares y uniformes, por lo que presentan un espacio externo relativamente pequeño en relación con su espacio interno, la IUPAC indica que las zeolitas son micro porosas, ya que sus poros tienen un diámetro menor a 2nm. Esta propiedad se caracteriza debido a que, si una

molécula está ubicada dentro de un poro y es atraída, debido a la superficie del poro se aumenta la fuerza de atracción (Curi, A. et al. ,2006, pp. 111-118).

2. Adsorción: esta propiedad es característica debido a que el potencial de adsorción es capaz de originar una fuerza atractiva, lo que conlleva a la aproximación de la molécula hacia la superficie de la zeolita, el potencial de adsorción está relacionado inversamente proporcional al tamaño del poro, si existe el caso de que la distancia sea demasiado corta comienzan a actuar las fuerzas de repulsión (Curi, A. et al. ,2006, pp. 111-118).

3. Intercambio iónico: En las zeolitas el intercambio se da por la carga negativa que se produce en los átomos tetravalentes de aluminio, siendo esta carga recompensada por cationes llamados intercambiables, la selectividad de estos cationes depende de la naturaleza y concentración de los cationes en solución, temperatura, aniones asociados, etc. (Curi, A. et al. ,2006, pp. 111-118).

1.2.1.1. Clinoptilolita

Zeolita de origen natural conformada por una red tridimensional de tetraedros SiO_4 y AlO_4 , estos tetraedros son conocidos por ser su unidad fundamental, las cuales originan estructuras poliédricas. En este tipo de zeolita se presentan cationes de compensación debido al exceso de carga generado por AlO_4 , pudiendo ser cambiados, conociéndose esto como capacidad de intercambio catiónico (Montes, L. et al. 2015, pp. 5-6.). La fórmula de la clinoptilolita es $(\text{Na}, \text{K}, \text{Ca}_{0,5}, \text{Sr}_{0,5}, \text{Ba}_{0,5}, \text{Mg}_{0,5})_6 [\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}] \sim 20 \text{H}_2\text{O}$ y su número de equivalentes intercambiables por masa de la celda unitaria (CIC) es 1,66 a 2,2 meq/g (Montes, L. et al. 2015, pp. 5-6.).

La clinoptilolita posee una estructura porosa que presenta 3 canales huecos y dentro de estos se presentan 4 sitios representados por M y sus respectivos subíndices. M1 se ubica en el canal A, junto a los cationes Na^+ y Ca^{++} con mayor presencia de sodio, M2 se ubica en el canal B con los cationes Na^+ y Ca^{++} donde se encuentra una mayor presencia de calcio, M3 se encuentra en el canal C junto con el catión K^+ , y M4 se encuentra en el canal A junto con el Mg^{++} , teniendo la adsorción de las moléculas como centro específico a los cationes ya mencionados, la ubicación de estos observa en la Gráfica 3.1. (Montes, L. et al. 2015, pp. 5-6.).

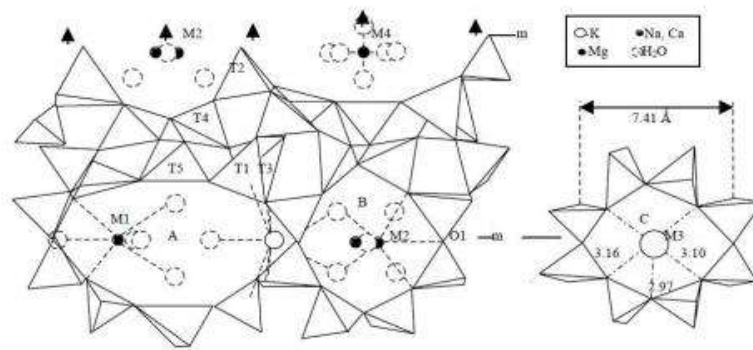


Figura 3-1: Estructura de la clinoptilolita.

Fuente: (Montes-Luna, et al. 2015, pp. 5-6).

1.2.3. Óxido de grafeno (OG)

Estructura laminar de grafeno oxidado que se puede obtener a partir de la oxidación y posterior exfoliación del grafito generalmente mediante el método de Hummers (Angamarca, 2020, p.20). Al óxido de grafito se le considera el precursor de otros compuestos del grafeno ya que además de que se puede reducir e introducir otros grupos funcionales con facilidad, puede ser exfoliado eficazmente utilizando ultrasonidos o agitación mecánica, tiene carácter altamente hidrofílico pudiendo adsorber moléculas de agua entre sus láminas incluso después de secarse (García, 2013, p. 16).

Brodie fue el primero en sintetizar óxido de grafito en 1859 , mediante un proceso en el cual el grafito en condiciones ácidas (H_2SO_4/HNO_3) reacciona con agentes oxidante como el clorato de potasio ($KClO_3$), posteriormente en 1958 Hummers y Offeman realizaron modificaciones a dicho método logrando obtenerlo en menor tiempo (Rodríguez, 2012, p. 17). Como lo muestra la Gráfica 4-1, el material resultante de la oxidación del grafito posee una estructura semejante a este en dónde las láminas de átomos de carbono se encuentran unidos a átomos de oxígeno aumentando así la distancia existente entre cada lámina, lo que les dota de un carácter hidrofílico. Así también, dado que las fuerzas de Van der Waals pierden su fuerza, es posible el fácil ingreso de moléculas de agua a los espacios interlaminares del óxido de grafito siendo fácil exfoliarlo en agua usando ultrasonido. Una vez concluida la exfoliación si las láminas resultantes poseen pocas capas de átomos de carbono a estas se le denomina óxido de grafeno (Farías et al., 2012, p.3), (Iturbe, 2015, p.1).



Figura 4-1: Proceso de obtención del óxido de grafeno (OG)

Fuente: (García, 2013, p.10).

El óxido de grafeno no posee una fórmula molecular, estructura y distribución de grupos oxigenados completamente definidas debido a que su estequiometría está sujeta al tipo de grafito y condiciones de oxidación durante la síntesis, por ello diversos autores han propuesto numerosos modelos, aunque el propuesto por Lerf-Klinowski es el más aceptable. En este modelo se señala que existen dos regiones, una oxidada que posee grupos epóxicos e hidroxilos sobre los planos y otra zona con grupos carboxilo y carbonilo que se asume que están en los extremos (Gráfica 5-1) (Rodríguez, 2012, p.18).

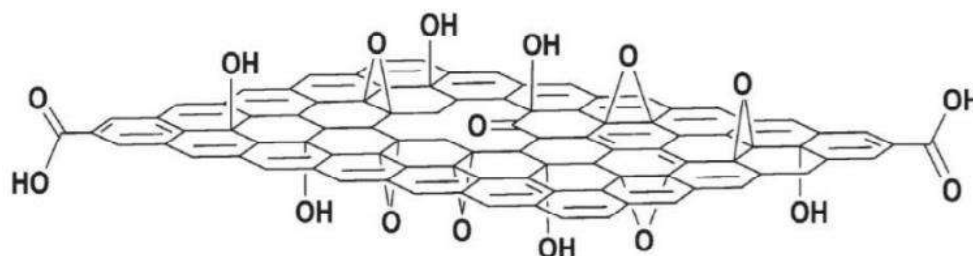
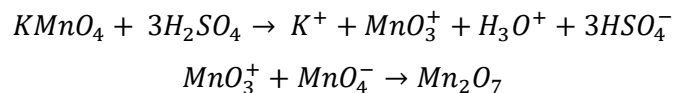


Figura 5-1: Estructura del óxido de grafeno según Lerf-Klinowski.

Fuente: (Rodríguez, 2012, p. 18).

1.2.4. Método de Hummers

Actualmente es el método de obtención de óxido de grafeno (OG) más empleado fue descrito por primera vez en 1958 por Hummers y Offeman en donde se oxida el grafito a óxido de grafito, usando una mezcla de ácido sulfúrico (H_2SO_4), nitrato de sodio ($NaNO_3$) y permanganato de potasio ($KMnO_4$), en donde la especie reactiva es el óxido de manganeso (VII) (Mn_2O_7), que se forma por la interacción del $KMnO_4$ con el H_2SO_4 como se muestra en la Reacción 1 (Avilés, 2017, p.10), (García, 2013, p.11).



Reacción 1-1: Formación del óxido de manganeso (VII) a partir de permanganato de potasio en medio ácido.

Fuente: (Fariás et al., 2017, p.4).

Así, esta especie reactiva (Mn_2O_7) realiza un papel importante dentro de los mecanismos de reacción que ocurren en la oxidación del grafito ya que constituye un agente oxidante selectivo de compuestos aromáticos de doble enlace como se muestra en la Gráfica 6-1 (Fariás et al., 2017, pp.4-5).

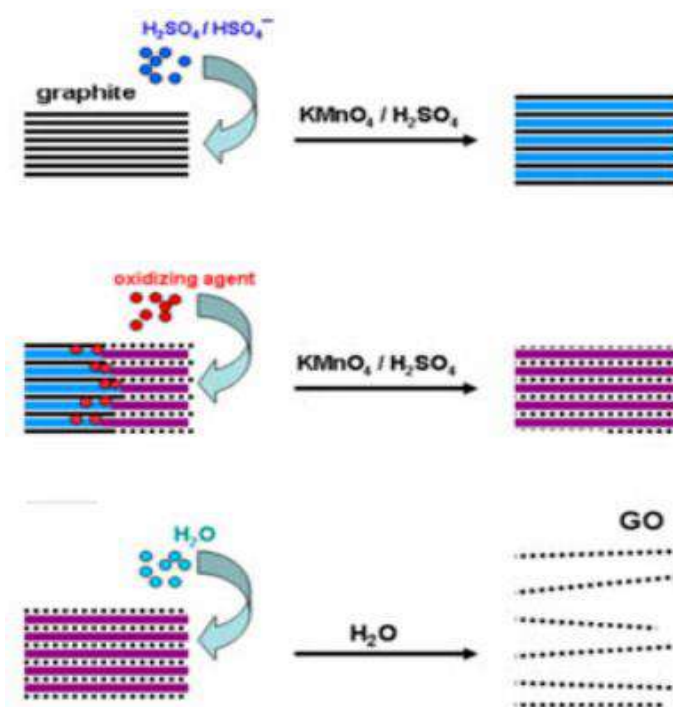


Figura 6-1: Mecanismo de formación de óxido de grafeno a partir de grafito.

Fuente: (Fariás et al., 2017, p. 5).

Por otra parte, es importante señalar que este método ha sufrido diversas modificaciones en base a los reactivos químicos empleados, concentraciones o tiempos de reacción ya sea con el fin de aumentar el grado de oxidación del grafito o disminuir la formación de gases tóxicos como el NO_2 , N_2O_4 y ClO_2 , dando lugar así a los métodos de Hummers modificados en donde permanece el uso de ácido sulfúrico y permanganato de potasio (García, 2013, p.4), (Avilés, 2017, p.15). Así, por ejemplo, una de las últimas modificaciones del método de Hummers más reconocidas es el método establecido

por Marcano debido a su buena relación eficiencia-costo y buena escalabilidad y en el cual se omite el uso del nitrato de sodio y aumenta la cantidad de permanganato de potasio para lograr mayor grado de oxidación (Avilés, 2017, p.15), (Zolezzi, 2017, p.22).

1.2.5. Óxido de grafeno reducido (OGr)

Nanomaterial modificado químicamente derivado del grafeno con un menor porcentaje de oxidación, excelente conductividad eléctrica, excelentes propiedades mecánicas y térmicas, al reducirse se eliminan parcial o completamente los grupos oxigenados, para la obtención de OGr se puede dar la reducción por métodos térmicos, fototérmicos, inducido por láser y reducción química, donde gran parte de su carácter sp^2 se recupera y se compara con el grafeno (Lunavictoria, M., 2020. pp.19-20), (Vargas, D., 2016. pp. 7-8).

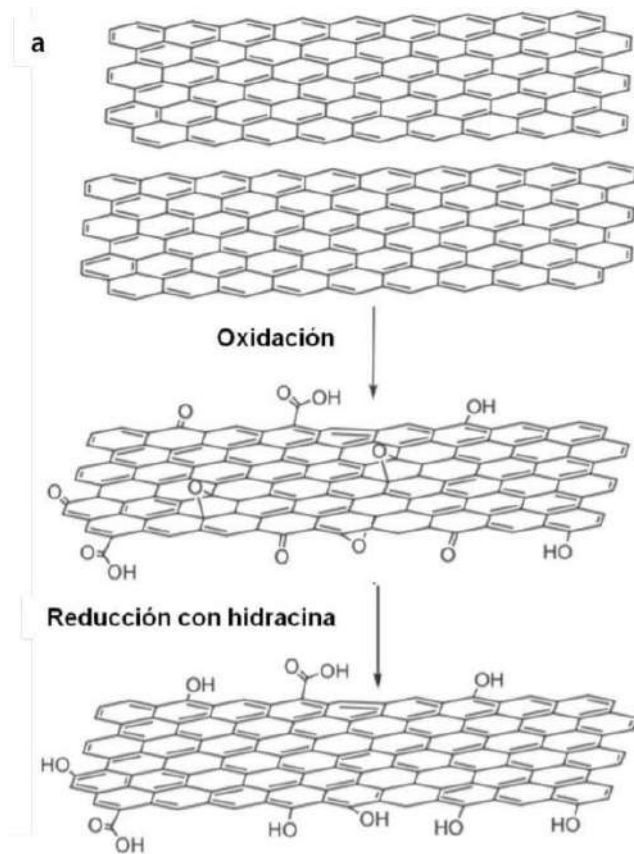


Figura 7-1: Proceso de oxidación de grafito a óxido de grafeno y reducción a óxido de grafeno reducido.

Fuente: (Romero, R., 2015 pp. 20-26)

La reducción del OG restaura parcialmente su conductividad y se da generalmente a temperaturas ambientales o moderadas ($<100^{\circ}\text{C}$) en solución acuosa, generalmente la hidracina se usa como agente

reductor ya que muestra una mayor eficiencia (relación atómica O/C~0.1), en este proceso el OGr es menos hidrofílico, donde la solución café de OG toma un color negro y se forman hojuelas que precipitan debido al removimiento de átomos de oxígeno; por lo tanto al ser un material hidrofóbico las láminas se agregan rápidamente en la solución es por ellos que se ajusta el pH de la solución, provocando que se dé una des protonación de los ácidos carboxílicos, dándose entre los grupos cargados del óxido de grafeno reducido una repulsión electrostática, presentándose la formación de coloides dispersos de OG. Un agente reductor alternativo debido a su característica no toxica, es el ácido ascórbico o vitamina C, a diferencia de la hidracina que se la conoce por ser toxica y dañino para el medio ambiente, este proceso de reducción tiene un rendimiento similar al de la hidracina en temperatura ambiente (Romero, R., 2015 pp. 20-26).

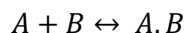
1.2.6. Adsorción

Atracción entre las moléculas de la superficie del sólido y las del fluido, caracterizada por ser selectiva y por ser un proceso rápido, en este proceso, al soluto retenido se le denomina adsorbato y el sólido sobre el que se retiene es el adsorbente, siendo generalmente usados como adsorbente solidos que presentan una gran superficie de contacto y suelen ser porosos (Coavas, S. & Garcés, L., 2012. p.26).

1.2.7. Factores que influyen en la adsorción

Esta relación se presenta en la adsorción donde se da la retención de las moléculas de un fluido siendo el denominado adsorbato, sobre una superficie en contacto con él que corresponde al adsorbente. Debido a las fuerzas de atracción, resultado de la asimetría de las fuerzas presentes en la interfase, las moléculas del adsorbato se fijan sobre la superficie del adsorbente (Orihuela E., 2015, pp.27-28).

Para identificar esta relación se plantea la siguiente reacción química donde:



Donde A es el adsorbato o sustancia adsorbida, b es el adsorbente y A.B es el compuesto formado con la adsorción (Angamarca, M. 2020. p.36).

Debido a esta relación se pueden clasificar en 2 tipos diferentes: adsorción física y adsorción química. En la adsorción física las fuerzas entre el adsorbato y el adsorbente son de naturaleza física como interacciones de tipo culómbico, fuerzas de Van der Waals, etc. En la adsorción química se da una especificidad entre los grupos funcionales tanto del adsorbato como del adsorbente, lo que produce una reacción química (Angamarca, M. 2020. p.36).

1.2.7.1. Efecto de la temperatura

Constituye uno de los factores que influyen en la velocidad de adsorción, ya que el proceso de adsorción es una reacción exotérmica se considera que a menores temperaturas la capacidad de adsorción aumenta y pequeños cambios de temperatura no son significativos en el proceso de adsorción; pudiendo también señalar que la dependencia de la temperatura con la velocidad de adsorción se expresa con la energía de activación y a su vez la relación entre estas es descrita mediante la ecuación de Arrhenius (Marín, 2012, p.18). Para determinar su efecto se varía la temperatura y mantiene constante otros parámetros fisicoquímicos como la concentración del colorante o adsorbato y pH.

1.2.7.2. Efecto del pH

El pH influye en la adsorción ya que al variarlo se regula la ionización del óxido de grafeno y del colorante, por lo regular a altos niveles de pH el OG aumenta su capacidad de adsorción ya que se favorece la desprotonación de los grupos funcionales del material ya aumenta la densidad de carga negativa, favoreciendo las interacciones electrostáticas con el colorante (Chaparro et al., 2014, pp.133-138).

1.2.7.3. Efecto del tiempo de contacto

La evaluación del tiempo de contacto es fundamental para conocer la eficiencia en la adsorción del colorante lo que puede contribuir a determinar la naturaleza del proceso (Rojas & Zarate., 2015, p.60).

1.2.7.4. Efecto de la concentración de adsorbato

De acuerdo con, Húmpola (2013, p.46) el poder de adsorción aumenta asintóticamente si la concentración del analito o adsorbato está próxima a la saturación, esto tomando en cuenta la regla de Lundelius sobre la solubilidad del adsorbato que indica que cuanto mayor es la solubilidad del adsorbato en el disolvente, disminuye la capacidad de adsorción y viceversa.

1.2.8. Cinética de Adsorción

Se analiza al culminar las pruebas de contacto entre el adsorbente y la solución que contiene disuelto al adsorbato y consiste en la medida de la velocidad a la cual ocurre el proceso de adsorción debiendo

considerar las concentraciones del adsorbato, previo al contacto con el adsorbente y posterior al tiempo transcurrido de contacto. Si la cinética es de primer orden se dice que la superficie del adsorbente es homogénea y se forma una monocapa, mientras que, si la cinética es de segundo la superficie del adsorbente es heterogénea. Para establecer a qué tipo de cinética se ajusta el proceso de adsorción se elaboran Gráficas del tipo lineal y se comparan los coeficientes de correlación lineal para seleccionar el modelo que mejor se ajusta. Finalmente, cabe señalar que los resultados obtenidos de la cinética de un proceso de adsorción pueden comprobarse calculando las isothermas de adsorción del proceso (García et al., 2012, pp.122-123). Para el estudio de la cinética de adsorción se usan principalmente los siguientes modelos:

1.2.8.1. Modelo de pseudo primer orden

Para este modelo, se considera que la fuerza impulsora se define como la diferencia entre la concentración de adsorbato adsorbida en el equilibrio (q_e) y la concentración adsorbida en un tiempo determinado (q_t) (García, 2014, p.15). Así, este modelo viene descrito por la siguiente ecuación:

$$\frac{dq}{dt} = k_1(q_e - q_t) \quad (1-1)$$

Dónde:

k_1 : constante de velocidad de pseudo primer orden (min^{-1})

q_e : capacidad de adsorción en el equilibrio (mg/g)

q_t : capacidad de adsorción en un tiempo t (mg/g)

La forma integrada de la ecuación es la siguiente:

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t \quad (2-1)$$

Si se grafica el $\ln(q_e - q_t)$ contra el tiempo, a partir de la pendiente y ordenada de la Gráfica se puede obtener la constante de velocidad (k_1) y la concentración en equilibrio (q_e) respectivamente (García, 2014, p.15).

1.2.8.2. Modelo de pseudo segundo orden

En este modelo se considera que la capacidad de adsorción depende proporcionalmente de la cantidad de centros activos del adsorbente, y el proceso se lleva a cabo mediante una adsorción química (García, 2014, p.16). La ecuación de este modelo es la siguiente:

$$\frac{dq}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2 \quad (3-1)$$

Dónde:

k_2 : constante de velocidad de pseudo segundo orden ($\frac{g}{mg.min}$)

q_e : capacidad de adsorción en el equilibrio (mg/g)

q_t : capacidad de adsorción en un tiempo t (mg/g)

Con la siguiente ecuación integrada:

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e} \quad (4-1)$$

De acuerdo con García (2014, p.16), al graficar t/q_t contra t, con la pendiente y ordenada de la Gráfica se pueden hallar la capacidad de adsorción en el equilibrio (q_e) y la constante de velocidad de pseudo segundo orden respectivamente (k_2) .

1.2.9. *Isotermas de adsorción*

Permiten cuantificar la afinidad del adsorbato por el adsorbente y consisten en ecuaciones de equilibrio existente entre la cantidad de adsorbato adsorbido en el adsorbente y la concentración del adsorbato en solución cuándo se llega al equilibrio a temperatura constante. Se calculan poniendo en contacto diferentes cantidades de adsorbato con cierto volumen de solución con una cantidad conocida del adsorbato manteniendo en agitación y a una temperatura constante hasta llegar al equilibrio de adsorción para finalmente calcular la concentración del adsorbato presente en la solución, empleando la siguiente ecuación: (Andrade, 2007, p.21).

$$q_e = \frac{V.(C_0 - C_e)}{M} \quad (5-1)$$

Dónde:

q_e : masa de soluto adsorbido por el adsorbente (mg adsorbato/ g adsorbente)

C_0 : concentración inicial de adsorbato (mg/L)

C_e : Concentración del adsorbato en equilibrio (mg/L)

V: Volumen de la solución (L)

M: masa del adsorbente (g)

Las isotermas obtenidas al alcanzar el equilibrio de adsorción depende de las condiciones resultantes, por lo que se emplea un modelo particular de isoterma en cada caso. El modelo de isoterma al que

mejor se acoplan los datos se establece comparando las gráficas las cuáles deben dar lugar la recta. En este sentido, las isothermas más utilizadas corresponden a los modelos de Langmuir y Freundlich.

1.2.9.1. Isotherma de Langmuir

Indica que el adsorbato se adsorbe formando una monocapa sobre el adsorbente, esto asumiendo que la adsorción es reversible y que el adsorbato es adsorbido solo en puntos específicos de la superficie del adsorbente, la cuál es homogénea ya que la energía de adsorción de esta es constante (Calderón, 2005, p.18).

Según Villalobos (2018, p.3), esta isoterma se puede describir mediante la siguiente ecuación:

$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{q_m \cdot K_L \cdot C_e} + \left(\frac{1}{q_m}\right) \quad (6-1)$$

Dónde:

C_e : concentración del adsorbato en el equilibrio (mg/L)

q_m : capacidad de adsorción máxima (mg adsorbato/ g adsorbente)

q_e : capacidad de adsorción en el equilibrio (mg adsorbato/ g adsorbente)

K_L : constante de Langmuir (L/mg)

La ecuación 6 se puede escribir de manera lineal como sigue:

$$\frac{1}{q_e} = m \cdot C_e + b \quad (7-1)$$

Con lo que se puede encontrar el valor de q_m y K_L a partir de la pendiente e intercepto de una recta $1/C_e$ vs $1/q_e$.

$$q_m = \frac{1}{b} \quad (8-1)$$

$$K_L = \frac{1}{m \cdot q_m} \quad (9-1)$$

Así también Villalobos (2018, p.4), señala que la constante de Langmuir (K_L) permite comparar la adsorción entre diferentes adsorbentes. De este modo, se dice que la adsorción es desfavorable cuándo $K_L < 0$, lineal cuándo $K_L = 0$ y favorable cuándo $K_L > 0$.

Para está isoterma, también se puede usar el factor de separación (R_L) para evaluar el proceso de adsorción. Este parámetro adimensional, se puede calcular mediante la siguiente ecuación.

$$R_L = \frac{1}{1 + K_L \cdot C_e} \quad (10-1)$$

Así, la adsorción es considerada desfavorable cuándo $R_L > 1$, es lineal sí $R_L = 1$, irreversible si $R_L = 0$, y es favorable cuándo $0 < R_L < 1$ (Tubón, 2021, p.19).

1.2.9.2. Isoterma de Freundlich

Describe la relación entre la masa adsorbida del adsorbato con la cantidad de dicho compuesto presente en la solución acuosa (Calderón, 2005, p.22). Así también, este modelo señala que la superficie del adsorbato es heterogénea, incluso se asume que la energía de adsorción varía exponencialmente (Húmpola, 2013, p.61).

De acuerdo con Villalobos (2018, p.5), este modelo se describe con la siguiente ecuación:

$$\log(q_e) = \log(K_F) + \frac{1}{n} \cdot \log(C_e) \quad (11-1)$$

Dónde:

q_e : capacidad de adsorción en el equilibrio (mg adsorbato/ g adsorbente)

C_e : Concentración del adsorbato en el equilibrio (mg/L)

K_F : Parámetro de Freundlich de la capacidad de adsorción (mg/L) (L/mg)^{1/n}

1/n: constante de heterogeneidad

Según Húmpola (2013, p. 61-62), está ecuación empírica señala que al aumentar la cantidad de adsorbato incrementara la cantidad adsorbida del mismo. Además, el parámetro n dentro de esta ecuación indica hasta qué grado se verá favorecido el proceso de adsorción, así pues, valores de 2-10 señalan buena adsorción, 1-2 dificultad moderada y valores menores a 1 indican una adsorción insignificante.

1.2.9.3. Isoterma de Temkin

Este modelo asume que la entalpía de adsorción disminuye de manera lineal cuándo incrementa la saturación del material adsorbente debido a las interacciones adsorbente-adsorbato (Carrasquer, 2018, p. 35) La ecuación lineal se puede describir de la siguiente manera:

$$q_e = B_t \times \ln(k_L^T) + B_t \times \ln(C_e) \quad (12-1)$$

Dónde:

C_e : concentración en el equilibrio (mg/L)

q_e : capacidad de adsorción en el equilibrio (mg/g)

k_L^T : constante de equilibrio de adsorción de Temkin (L/mg)

B_t : variación de la energía de adsorción (J/mol)

Si se Gráfica q_e contra $\ln(C_e)$ se puede encontrar k_L^T y B_t con la ordenada y la pendiente respectivamente. Así también, se menciona que cuándo B_t es positivo indica que el proceso es exotérmico, mientras que k_L^T señala el grado de afinidad entre adsorbato y adsorbente.

1.2.9.4. Isoterma de Dubinin-Radushkevich

Este modelo se usa para calcular las cantidades máxima adsorbidas q_m , su fórmula es:

$$q_e = q_m e^{(-\beta \varepsilon^2)} \text{ con } \varepsilon = RT \ln\left(1 + \frac{1}{C_e}\right) \quad (13-1)$$

Donde:

q_m = cantidad máxima adsorbida o capacidad de adsorción (mg/g)

β =constante relacionada con la energía de adsorción (mol^2/kJ^2)

ε =energía potencial de la superficie

R= 8,314 J/K/mol-constante de los gases

T= temperatura absoluta

La constante β da la energía libre de adsorción E(kJ/mol) de la transferencia de 1 mol de soluto desde el infinito a la superficie del adsorbente y se calcula de la siguiente manera:(Apolitano, M. & Cevallos, H., 2018. pp. 11-12)

$$E = \frac{1}{\sqrt{2\beta}} \quad (14-1)$$

La ecuación D-R puede ser linealizada como:

$$\ln q_e = \ln q_m - \beta \varepsilon^2 \quad (15-1)$$

Este modelo de isoterma permite distinguir entre una adsorción física o química y se ha utilizado generalmente para expresar la adsorción basada en un mecanismo de llenado de poros con una distribución de energía gaussiana en una superficie heterogénea, además el modelo explica la naturaleza de la adsorción y generalmente se usa para determinar la energía libre media del proceso. El valor de E es usado para determinar el tipo del proceso de adsorción, si esta entre 8 y 16 J/mol el proceso es químico, mientras que si es menor que 8J/mol indica un proceso de adsorción físico. Este modelo D-R se aplica a los datos para deducir la heterogeneidad de las energías superficiales de adsorción y la porosidad característica del adsorbente (Apolitano, M. & Cevallos, H., 2018. pp. 11-12).

1.2.10. Espectroscopía UV visible

Método en el que se emplea un equipo llamado espectrofotómetro Uv-visible cuyo fundamento se basa en la determinación de la intensidad de la luz que es capaz de atravesar cierta muestra para

contrastarla con la intensidad de la luz antes de pasar por la muestra, es decir consiste en una técnica que mide la cantidad de luz violeta y ultravioleta que un compuesto o molécula absorbe a determinada longitud de onda que se encuentra en el rango de 220-1400 nm del espectro electromagnético debido al paso de un electrón de un orbital molecular de menor energía denominado HOMO a un orbital molecular excitado o mayor energía llamado LUMO (Angamarca, 2015, p.15), (Arévalo, 2006, p.12), (Blanco y Ramos, 2017, p.17).

1.2.11. Espectrofotometría FT-IR

Método en el cual se estudia la absorción o emisión de energía radiante originada por la interacción entre la radiación electromagnética y el material de estudio, esto se basa en que las moléculas tienen la posibilidad de rotar y vibrar a distintas frecuencias, existiendo un comportamiento característico para un enlace con un tipo atómico, un entorno químico y una concentración de enlaces determinadas. Cuando se hace un análisis de IR se mide la intensidad del antes y después de que interaccione con la muestra, siendo el resultado expresado en función de la frecuencia de la luz incidente (Piqué, T. & Vásquez, A. 2012. pp 2-3).

1.2.12. Microscopía electrónica de barrido

Denominada también SEM por sus siglas en inglés Scanning Electron Microscopy, es una técnica que permite visualizar imágenes de materiales con una resolución óptima, dando así información acerca de la estructura, morfología, composición química y cristalografía de un material. La imagen se obtiene haciendo incidir sobre la muestra un haz de electrones primarios o electrones incidentes (EI), focalizado a través de un sistema de lentes. Como respuesta, la muestra genera señales o electrones secundarios y retrodispersados, estos son registrados por los diferentes detectores del equipo como señales de intensidad de color generando así la imagen del material. Para obtener una imagen que cubra el área deseada el haz es movido en el plano xy previo a la incidencia en la muestra (Clavijo, 2013, p. 134).

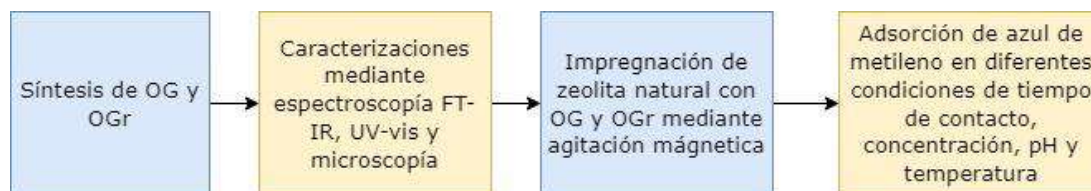
CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO

2.1. Métodos

El trabajo inicia con el planteamiento de problema y la sucesiva búsqueda de información bibliográfica de temas afines, considerando fuentes confiables como artículos científicos, tesis y páginas web en bases de datos científicas. Los métodos se consideran medios ordenados que permitirán al investigador cumplir con los objetivos planteados y consecuentemente alcanzar los resultados esperados.

En el siguiente esquema, se resume la metodología empleada en el presente trabajo de investigación.



Gráfica 1-2: Metodología general de la adsorción de AM usando OG y OGr

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

2.1.1. Método deductivo

El presente trabajo se define como una investigación deductiva, ya que luego de plantear el problema, se busca información bibliográfica de temas que consideran las mismas variables de interés, posteriormente para su resolución se inicia con la experimentación y finalmente, los datos experimentales son analizados para determinar el efecto de las variables independientes sobre la variable de respuesta llegando así a establecer las conclusiones del trabajo.

2.1.2. Método cuasi experimental

La investigación se considera cuasi experimental debido a que en este trabajo se han identificado variables dependientes e independientes para establecer la relación causa-efecto de estas. Donde, la manipulación de la variable independiente (factores que influyen en la cinética de adsorción) está sujeta a las decisiones del investigador y por tanto no sigue el principio de aleatoriedad, ya que los niveles a tomar en cuenta de cada factor fisicoquímico son guiados en referencia a literatura existente,

incluyendo rangos que contienen los valores en los que se da una mejor adsorción de Azul de Metileno (AM).

2.2. Técnicas

2.2.1. Materiales y Reactivos

2.2.1.1. Reactivos

- 3g de grafito
- 70ml H₂SO₄
- 9g KMnO₄
- 650ml H₂O
- 30ml H₂O₂ al 30%
- Aceite de cocina

2.2.1.2. Materiales

- Balón de 3 bocas
- Bureta
- Pipeta
- Vasos de precipitación
- Vidrios reloj
- Termómetro
- Agitador magnético con magneto
- Vidrio pyrex
- Soporte universal
- Tubos falcon de 50 mL

2.3. Síntesis de óxido de grafeno

Tal como lo señala Angamarca, P., et al. (2020. p. 3) para sintetizar OG, se inicia colocando 3g de grafito en el balón de tres bocas, luego se agrega 70 ml de ácido sulfúrico (H₂SO₄) concentrado; este proceso

se realiza bajo agitación vigorosa, lentamente se añade 9g de permanganato de potasio (KMnO_4) tomando en cuenta que la temperatura del reactor supere los 20°C para lo cual se usa un baño de hielo. Transcurridos 45 min se transfieren al baño de aceite, el cual previamente debe ser calentado a 50°C y se controla que la temperatura de la solución no supere los 50°C mientras se mantiene por 30 min bajo vigorosa agitación. Se agrega 150 mL de agua destilada gota a gota por 20 min, la temperatura incrementa a 90°C y durante 20 min debe ser controlada, a continuación, se añade 500mL de agua destilada al reactor, seguidamente 15 mL de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 30% que se colocan gota a gota, en este momento la coloración del reactor cambia de café oscuro a amarillo indicando la formación del óxido de grafito. Posteriormente, la sustancia formada es centrifugada a 3000 rpm durante 10 min, el precipitado se lava por primera vez con una solución de 1:10 de ácido clorhídrico (HCl), luego se lo lava solo con agua destilada hasta llegar a un pH de 7. Finalmente, el precipitado es secado en una estufa a 50°C por 24 horas, el material es recuperado y por cada gramo de material se disuelve en 1L de agua destilada, para homogenizar la solución, está se sónica por 1 hora hasta que se disuelva completamente, posterior a esto se centrifuga por 30 min a 1000 rpm obteniendo una suspensión de óxido de grafeno, representada por la parte menos densa o sobrenadante, y el precipitado o material que no fue exfoliado corresponde al óxido de grafito, posteriormente se procede a su secado por separado a 50°C .

2.4. Síntesis de óxido de grafeno reducido

Una vez obtenido el óxido de grafito se utiliza 25 mg de este en polvo y se disuelve en 250 ml de agua destilada mediante sonicación por 30 min, la solución es centrifugada a 1000 rpm por 30 min con el fin de remover las partículas no exfoliadas, se añade gradualmente 500 mg de ácido ascórbico bajo vigorosa agitación. La solución es llevada a 92°C por 1 hora y media, el precipitado es lavado con agua destilada y finalmente se sónica a 3000rpm por 30 min y se seca el material a 50°C por 24 horas (Angamarca, P., et al., 2020. p. 3). Por último, se procede a la caracterización por FT-IR, UV-Visible, y microscopía de barrido electrónico (SEM).

2.5. Obtención del nanocompuesto

Para este trabajo la zeolita natural (Z) empleada es la clinoptilolita, con el fin obtener un nanocompuesto impregnado con OG (ZOG) y otro con óxido de grafeno reducido (ZOGr), se prepara soluciones madre de OG y OGr a una concentración de 10mg/mL, a partir de esta se preparan soluciones de 5mg/mL y 2.5mg/mL. Se coloca 500mg de zeolita natural en 6 vasos de precipitación,

en los 3 primeros se coloca 20mL de las soluciones preparadas de OG y en los 3 siguientes se colocan las soluciones de OGr, se repite el proceso usando 1g de zeolita natural. La impregnación se lleva a cabo usando un agitador magnético durante 1 hora y media a 2000 rpm, seguidamente los nanocompuestos se secan en una estufa a 50°C, cada nanocompuesto se caracteriza por FT-IR, UV-Visible, microscopía de barrido electrónico.

2.6. Estandarización de soluciones de Azul de metileno

Se prepara una solución madre de 100mg/L, a partir de esta se prepara soluciones a 0.05, 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 20 y 40 mg/L y se procede a su estandarización en el espectro UV-visible.

2.7. Pruebas de adsorción

Para estudiar el proceso de adsorción se utilizó como adsorbente zeolita impregnada con óxido de grafeno (ZOG) e impregnada con óxido de grafeno reducido (ZOGr), el adsorbato será el azul de metileno en solución. Una vez estudiado el tiempo de contacto y haber seleccionado un nanocompuesto, de manera secuencial se estudiará el efecto del pH, de la concentración de AM y la temperatura.

2.7.1. Efecto del tiempo de contacto

Se prepara una solución de azul de metileno a 100 mg/L, se coloca 100mL de esta solución en 3 matraces Erlenmeyer diferentes y seguidamente en cada uno se coloca 100 mg de cada tipo de nanocompuesto (Z:500mg o 1000mg; OG y OGr: 10, 5 y 2.5 mg/mL). Para la prueba de adsorción los Erlenmeyer se colocan en el shaker a 25°C y 250 rpm, para posteriormente tomar muestras a los 5, 10, 15, 20, 30, 60 y 120 min, las muestras se analizan en el espectro UV-Visible con el fin conocer la concentración final de AM. Una vez analizados los resultados de concentración final de AM, se identificó el nanocompuesto (ZOG y ZOGr), que muestran una mayor capacidad de adsorción a los 120 minutos; sin que ocurra un proceso de desorción.

2.7.2. Efecto del pH

Para evaluar el efecto del pH se prepara una solución de 100mg/L de AM, a la solución se le varía el pH a 5, 7 y 9 con HCl o NaOH (0.1M), se coloca en 3 Erlenmeyer con 100 mg del nanocompuesto

(ZOG o ZOGr). Estos son llevados a un shaker a 25°C y 250rpm, se tomarán muestras a los 10, 20, 60 y 120 minutos, cada experimento se realiza por triplicado; el proceso es el mismo tanto para ZOG y ZOGr. La concentración final de AM de las muestras, se miden en el espectro UV-Visible, a su vez estos resultados se analizan para identificar a que pH se encuentran las muestras con mejores resultados de adsorción a los 120 minutos.

2.7.3. Efecto de la concentración de AM

Se preparan soluciones de AM a 25, 50, 75 y 100 mg/L, para ZOG se varía el pH de las soluciones a 9, mientras que para ZOGr las soluciones se varían a un pH de 7. Posteriormente se colocan 100 mL de cada solución en 4 diferentes Erlenmeyer con 100 mg de ZOG cada uno, y se repite el proceso con 100 mg de ZOGr. Los envases se colocan en un shaker a 25°C y 250rpm, se toman muestras a los 10, 20, 60 y 120 min, los experimentos se realizan por triplicado. Finalmente, estas muestras son analizadas en el espectro UV-Visible para identificar la concentración de AM a la cual se logra una mayor adsorción, para cada caso.

2.7.4. Efecto de la temperatura

Se prepara una solución de azul de metileno con la concentración y pH óptimos, tomando en cuenta las temperaturas de 25°C, 40°C y 60°C, para cada nanocompuesto (ZOG y ZOGr). Se realizan tres replicas por cada experimento, por lo que se procede a colocar 100 mL de la solución de AM a 25ppm en 6 matraces, seguidamente se coloca 100 mg de ZOG en los tres primeros matraces y de ZOGr en los restantes. Los envases se colocan en el shaker a 25°C a 250 rpm, para seguidamente tomar muestras a los 10, 20, 30, 60 y 120 min, estas muestras son analizadas en el espectro UV-Visible para medir la concentración final de AM. Se repite el proceso para la temperatura de 40°C y 60°C.

2.7.5. Isotermas de adsorción

Para obtener las isotermas de adsorción del colorante, usando ZOG (100mg), se preparó 100ml de soluciones de AM a 25, 50, 75 y 100 mg/L, con pH 9 y a temperaturas de 25 y 40 °C, se evaluó a los 10, 20, 60 y 120 minutos, en un shaker a 250 rpm, cada experimento se realizó por triplicado. Para el nanocompuesto ZOGr se repitió el proceso, pero el pH de las soluciones se llevó a 7. Las muestras tomadas, se llevaron al espectro UV-visible para la determinación de la concentración final de AM, y el posterior análisis de los datos para elaborar las isotermas de adsorción.

CAPÍTULO III

3. MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

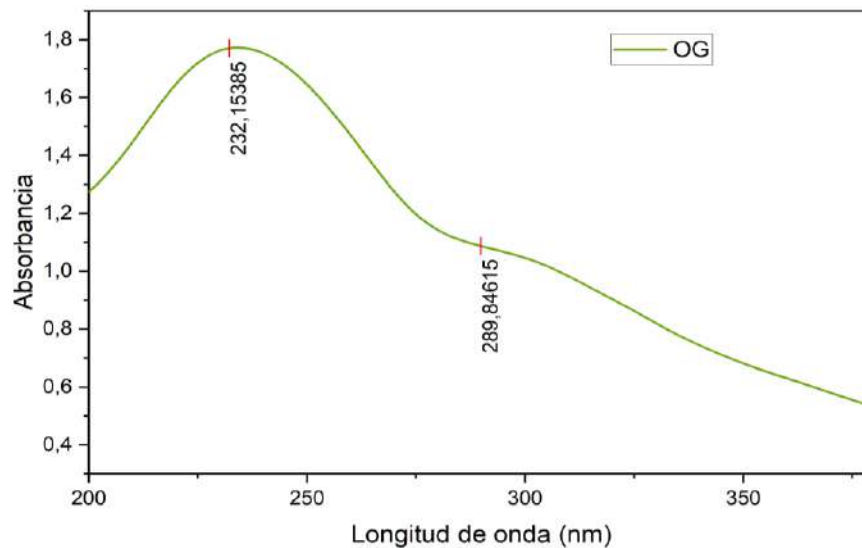
3.1. Caracterizaciones

3.1.1. Óxido de grafeno

3.1.1.1. Espectroscopía UV visible

Se sintetizó OG mediante el método de Hummers modificado para la posterior impregnación de la zeolita natural. Cuando se encontraba en dilución se llevó a análisis en el espectrofotómetro UV-visible para su consiguiente caracterización e identificación de los picos característicos del nanomaterial.

El espectro Uv visible del óxido de grafeno como se ve en la Gráfica 1-3. señala que los picos predominantes absorben luz a una longitud de onda de 232.15 nm que corresponde a la transición $\pi - \pi^*$ del enlace aromático $C = C$ esto concuerda con los resultados obtenidos por Lunavictoria (2015, p.35) en su trabajo sobre síntesis y caracterización de óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido. Además, se identificó un pico a los 289.84nm de la transición $n - \pi^*$ del enlace $C = O$; este se explica por la presencia de grupos carboxílicos en el OG.

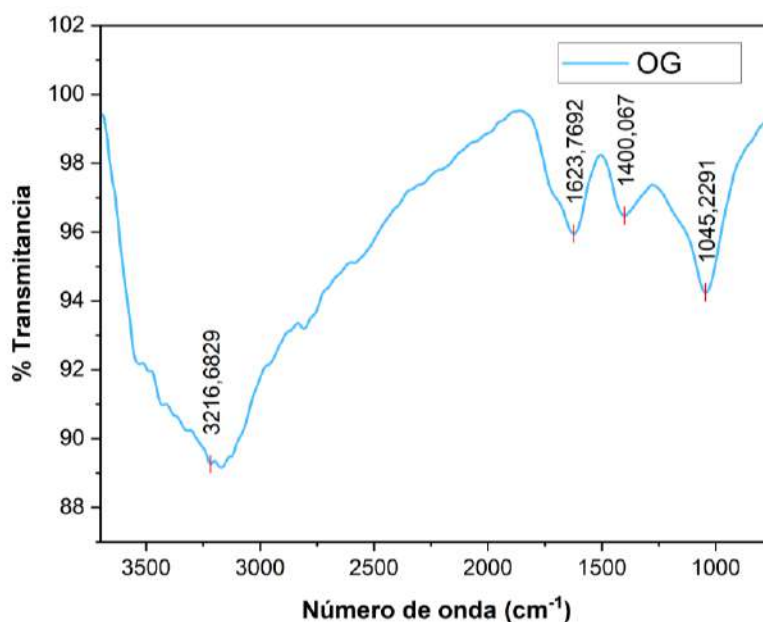


Gráfica 1-3: Espectro UV-visible del óxido de grafeno

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.1.2. Espectroscopía FT-IR

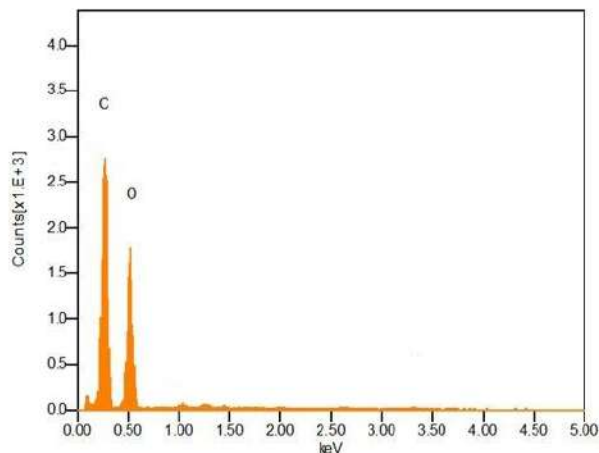
Una vez que el material se encontraba seco se procedió a realizar su caracterización mediante espectroscopía FT-IR. Así, la Gráfica 2-3 indica la presencia de un pico a $3216.6829 \text{ cm}^{-1}$ relacionado con la vibración de estiramiento del grupo OH enlazado a ácidos carboxílicos y alcoholes, que según Cortínez (2018, p. 61) presumiblemente se encuentran en los bordes o base de la estructura del OG. La banda ubicada a los $1623.7692 \text{ cm}^{-1}$ es propia de la vibración de estiramiento del enlace $\text{C}=\text{O}$ de los grupos carboxilo. El pico que absorben a los $1400,067 \text{ cm}^{-1}$ se asocia a los enlaces OH y finalmente, el pico localizado a $1045.2291 \text{ cm}^{-1}$ sugiere la presencia del enlace CH-OH . Dichos picos de absorbancia que señalan la presencia de grupos funcionales ricos en oxígeno sugieren que el óxido de grafeno se exfolio correctamente para obtener el OG esperado. Además, los resultados son análogos a los señalados por Rodríguez (2012, p. 60).



Gráfica 2-3: Espectro FT-IR del óxido de grafeno

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.1.3. Espectroscopía de rayos X dispersiva (EDS)



Gráfica 3-3. Análisis elemental del OG

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

En el espectro EDS del óxido de grafeno se encontró carbono (C) y Oxígeno (O), presentándose el O con un alto porcentaje, lo que evidencia una excelente oxidación del nanomaterial de partida (grafito), así como lo menciona Romero, R. (2015. p.48) ya que en las muestras analizadas se encontró con Carbono y Oxígeno, con una pequeña cantidad de impurezas de azufre(S) y Cloro (Cl).

Tabla 1-3: Resultados del análisis EDS del OG.

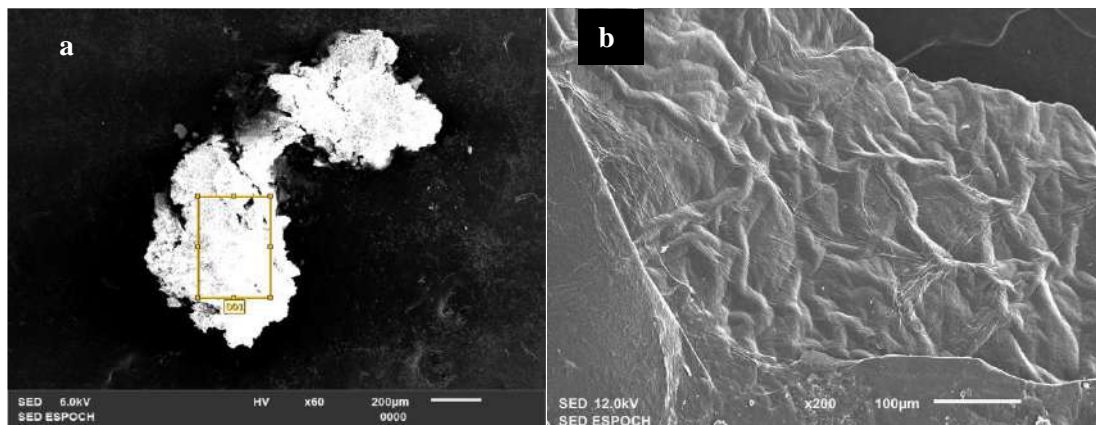
Átomos	%masa	%Átomos
C	8.69	58,81
O	19.29	42,19

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Se observa que el contenido de C en la muestra es del 58,81 % y del O es del 42,19 dando una relación de C/O de 0,78, evidenciando que en la síntesis del OG por el método de Hummers no se detectaron trazas del S debido al uso de ácido sulfúrico, contrarrestando lo que menciona Guerrero, J., (2015. pp. 115-116), ya que evidencia un contenido promedio de C de 77.69% y de O de 20.73% dando una relación de 0.27 con una composición de 1.58% que corresponden a las impurezas de Al, Si, P, S y Ca procedentes de material de vidrio del laboratorio.

3.1.1.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Para identificar la morfología del OG se realizó una microscopía electrónica de barrido, en la Gráfica 4-3. A debido a que el OG tiene naturaleza aislante se visualiza que en la superficie del nanomaterial sobresale un área particularmente más clara. Por otra parte, el área más oscura corresponde a elementos menos pesados como el carbono, elemento base de este nanomaterial. En la Gráfica 4-3 B se puede apreciar la superficie poco uniforme y arrugada del OG lo que podría deberse a defectos generados por el proceso de sonicación de óxido de grafito para exfoliar las láminas de OG, así, resultados similares han sido reportados por Lunavictoria (2020, p. 28) quién además observó desniveles en la superficie y bordes del OG más gruesos asociados a la presencia de grupos oxigenados en la estructura laminar.



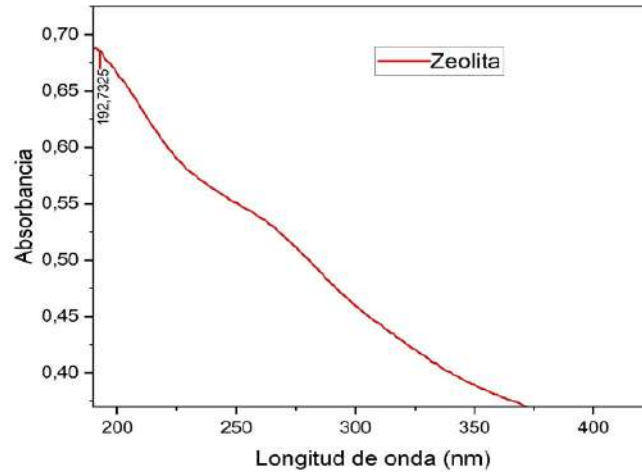
Gráfica 4-3: Superficie del OG: a) A 60X y b) A 200X

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.2. Zeolita natural

3.1.2.1. Espectroscopía UV visible

Una vez molida y disuelta en agua, la zeolita natural se procedió a caracterizar mediante espectroscopía UV-visible. La Gráfica 5-3 se presenta una banda los 197.46 nm debido a una transición $\pi - \sigma^*$ del enlace $\text{CH}_3 - \text{NH}_2$. La presencia de estos grupos funcionales de compuestos orgánicos se explica porque la zeolita natural contiene un 15% de antracita, un material orgánico que posee un gran porcentaje de carbono (C) y en menor medida hidrógeno (H), oxígeno (O) y nitrógeno (N), estando asociado a la presencia de hidrocarburos ligeros y volátiles que se transforman rápidamente en gas.

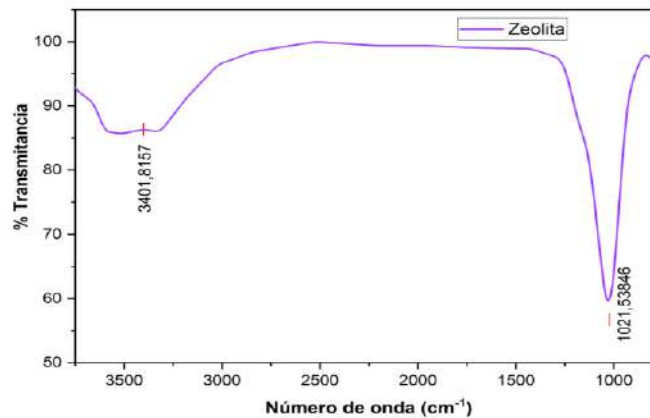


Gráfica 5-3: Espectro UV-visible de la zeolita natural

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.2.2. Espectroscopía FT-IR

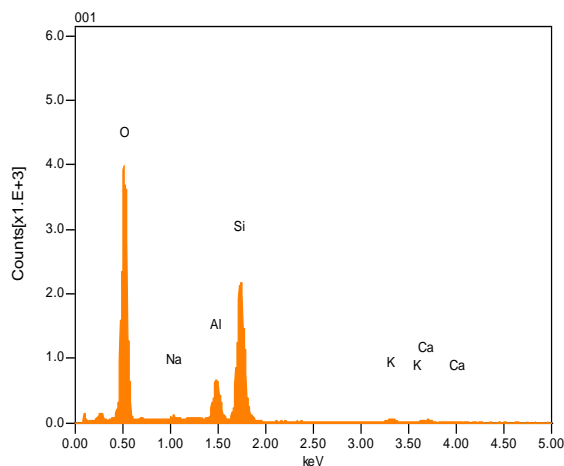
Para realizar la caracterización mediante espectroscopía FT-IR se usó únicamente el material molido, para posteriormente identificar los grupos funcionales que absorben a determinadas longitudes de ondas y compararlo con bibliografía. Así, la siguiente Gráfica indica la presencia de bandas localizadas a los 3401.817 cm^{-1} relacionadas con vibración de estiramiento del enlace OH, dicho grupos se deben a la presencia de agua en los canales de la estructura de la zeolita, según lo mencionado por Montes, L. et al. (2015, p. 8) La banda que se halla en 1021.538 cm^{-1} se relaciona con la vibración de estiramiento asimétrico del enlace Si-O-Si vinculado con la presencia de tetraedros SiO_4 de una zeolita, los grupos funcionales encontrados son similares a los descritos por Montes, L. et al. (2015, p. 8).



Gráfica 6-3: Espectro FT-IR de la zeolita natural

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.2.3. Espectroscopía de rayos X dispersiva (EDS)



Gráfica 7-3: Análisis elemental de la zeolita

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

En la Gráfica 7-3 se evidencia la composición de la zeolita, observando que existe una mayor presencia de átomos de O, esto se debe a que su composición es $\text{SiO}_4^- \text{Al}$, la presencia de AlO_4 produce cargas negativas que se compensan con cationes alcalinos o alcalino térreos (Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , etc.) como lo menciona Montes, L. et al. (2015, p. 9).

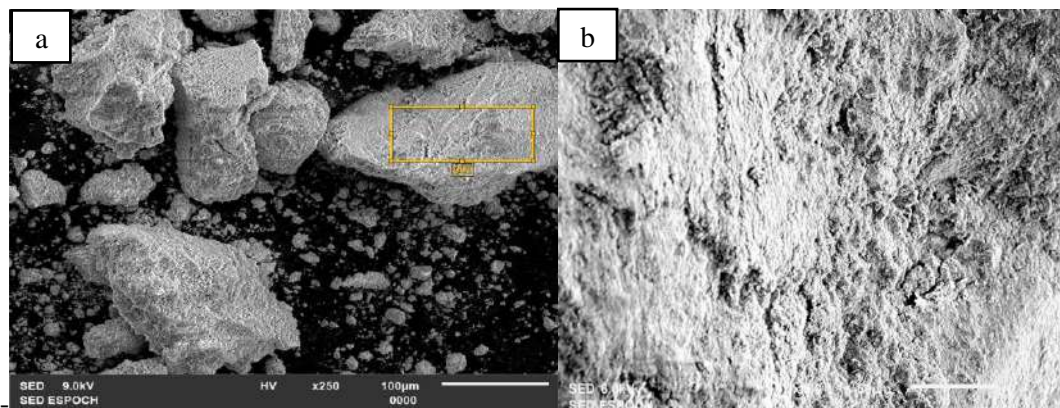
Tabla 2-3: Resultados del análisis EDS de la zeolita

OG Hummers	% masa	% Átomos
O	12.39	66.56
Na	0.18	0.67
Al	1.93	6.16
Si	7.72	23.64
K	0.67	1.46
Ca	0.70	1.51

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Se observa que el contenido de O en la muestra es del 66,56 %, de Si es 23,64% y de Al es del 6.16%, evidenciado la estructura tetraédrica característica de la zeolita, presentando como cationes de compensación el Na^+ , K^+ , Ca^{2+} con un porcentaje del 3.64, siendo esto similar a los datos obtenidos por Montes, L. et al. (2015, pp. 9-10).

3.1.2.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)



Gráfica 8-3: Superficie de la zeolita natural (clinoptilolita): a) a 250X y b) a 430X

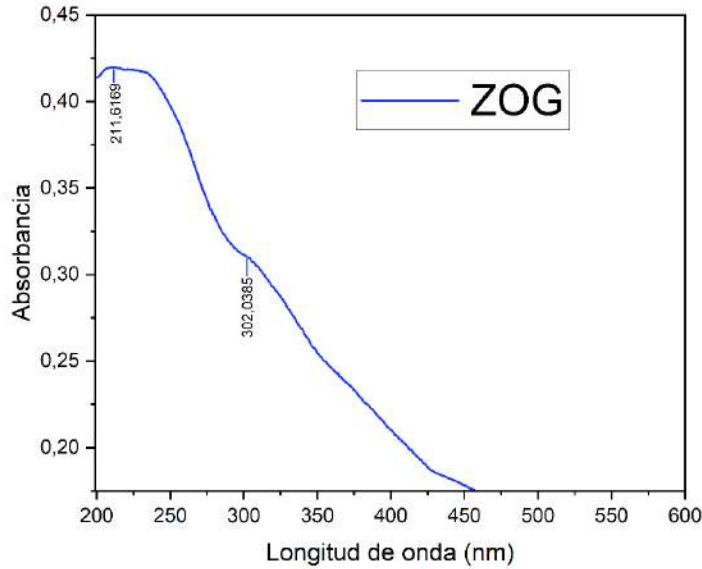
Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

En la Gráfica 8-3 a) se evidencia la forma cristalina de la clinoptilolita aglomerada de diversos tamaños, mientras que en la Gráfica 8-3 b) se observa la estructura porosa de la clinoptilolita, la cual presenta canales, donde se encuentran los pequeños cationes hidratados.

3.1.3. Zeolita natural impregnada con óxido de grafeno

3.1.3.1. Espectroscopía UV visible

Para obtener el nanocompuesto de zeolita y óxido de grafeno se realizaron pruebas de impregnación usando 500 y 1000mg de zeolita y óxido de grafeno a 10, 5 y 2.5 mg/ml para cada caso. Para determinar la concentración idónea de OG se caracterizó los tres nanocompuestos. De acuerdo con la Gráfica 9-3, en todos los casos se identificaron bandas de absorción menores que 211.616 nm de una transición $n - \sigma^*$ asociada al enlace $\text{CH}_3 - \text{NH}_2$, este pico como ya se mencionó se presenta porque la zeolita posee antracita. Por otro lado, se ubican bandas menores a los 302,038 nm relacionadas con la transición $n - \pi^*$ del enlace $\text{C} = \text{O}$ característico del OG, lo que indicaría que efectivamente la zeolita se impregnó con el OG.

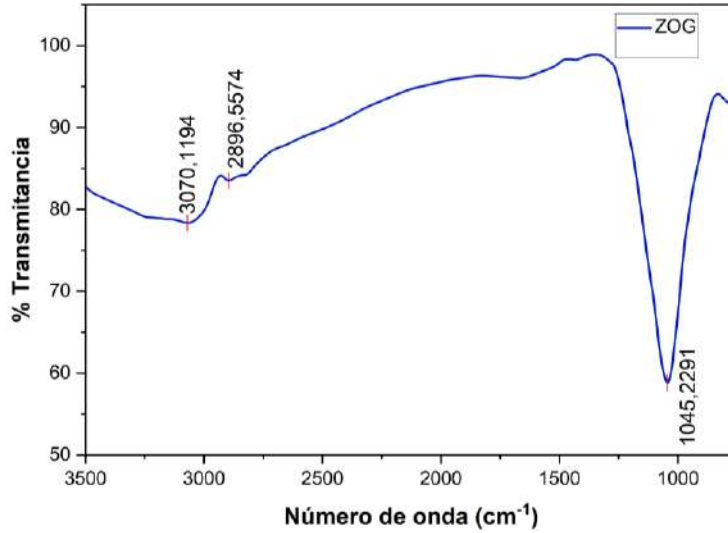


Gráfica 9-3: Espectro UV-visible de 1g de zeolita natural impregnada con OG a 10mg/ml

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.3.2. Espectroscopía FT-IR

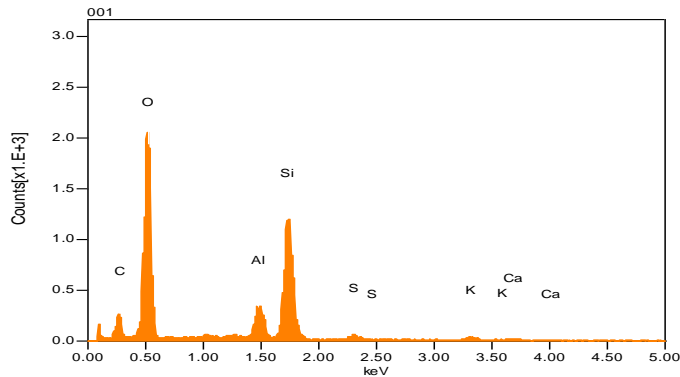
El nanocompuesto ZOG con 1 gramo de zeolita y 10mg/ml de OG, seleccionado por su capacidad de adsorción, de acuerdo con la Gráfica 10-3 presenta un pico a los 3070.119 cm^{-1} característico de la vibración de estiramiento del enlace del grupo funcional OH enlazado a alcoholes y ácidos carboxílicos; este pico de absorbancia se asocia al OG como lo indica la Gráfica 10-3. Se identificó un pico a los 2896.55 cm^{-1} relacionado con vibración de estiramiento simétrico y antisimétrico del enlace -CH de compuestos aromáticos, asociados a los anillos bencénicos de la estructura del óxido de grafeno. Finalmente, se encontró un pico a los 1045.23 cm^{-1} , este corresponde a la vibración de estiramiento del grupo Si-O-Si relacionado con SiO_4 propio de la zeolita natural, de este modo se pudo indicar que el OG se impregno sobre la zeolita natural, ya que se identificó grupos funcionales de cada material.



Gráfica 10-3: Espectro FT-IR de la zeolita natural impregnada con OG a 10mg/ml
 Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.3.3. Espectroscopía de rayos X dispersiva (EDS)

El análisis elemental zeolita impregnada con óxido de grafeno, permitió identificar la presencia principalmente de carbono (C) y oxígeno (O), en un porcentaje de 20,9 y 53,76% respectivamente, la presencia de estos se atribuye al óxido de grafeno. Además, se encontró un 4,41% de aluminio (Al) y 18,17% de silicio (Si), elementos característicos de la zeolita natural al ser un aluminosilicato, se identificó también un porcentaje bajo de calcio (Ca) y potasio (K) correspondiente al 0,69 y 1.06 % respectivamente; estos son cationes de compensación en la clinoptilolita como lo menciona Montes L. et al. (2015, p.5) Finalmente se detectó cierto porcentaje de azufre (S), el cual se considera impureza del proceso de síntesis de OG mediante el método de Hummers.



Gráfica 11-3: Resultados del análisis elemental de ZOG
 Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

En la tabla 3-3 se observa detalladamente el porcentaje de cada uno de los elementos presentes en el nanocompuesto ZOG.

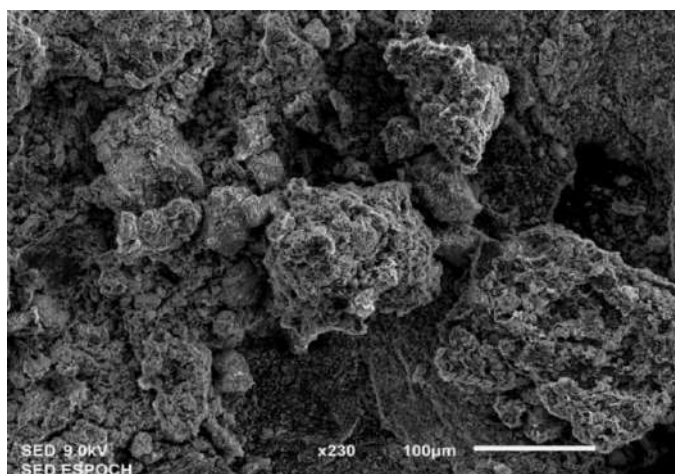
Tabla 3-3: Resultados análisis EDS de ZOG

Fórmula	%masa	%átomos
C	2,12	20,90
O	7,27	53,76
Al	1,01	4,41
Si	4,32	18,17
S	0,28	1,03
K	0,35	1,06
Ca	0,23	0,69

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.3.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La técnica de microscopía electrónica de barrido nos permitió apreciar la morfología de la zeolita impregnada con óxido de grafeno (ZOG), así, en la Gráfica 12-3 describe una superficie heterogénea en dónde se observa pequeños poros propios de la estructura de la zeolita natural.



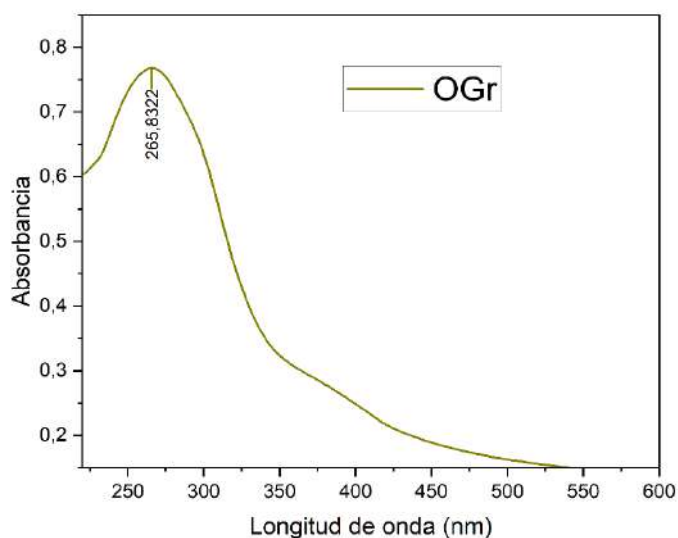
Gráfica 12-3: SEM de zeolita impregnada con OG a 230X

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.4. Óxido de grafeno reducido

3.1.4.1. Espectroscopía UV-visible

Para determinar si el óxido de grafeno se redujo eficazmente usando ácido ascórbico se caracterizó mediante espectroscopía UV-visible, pudiendo notar que la banda de absorción predominante ubicada a los 265,832 nm de una transición $\pi - \pi^*$ debida al enlace $C = C$, propio también del OG, se desplaza hacia una longitud de onda más grande. Este resultado es análogo al obtenido por Lunavictoria (2020, p. 34), quién menciona que dicha banda de absorción se presenta como señal del carácter aromático de las láminas de OG se reestablecen posterior al proceso de reducción.

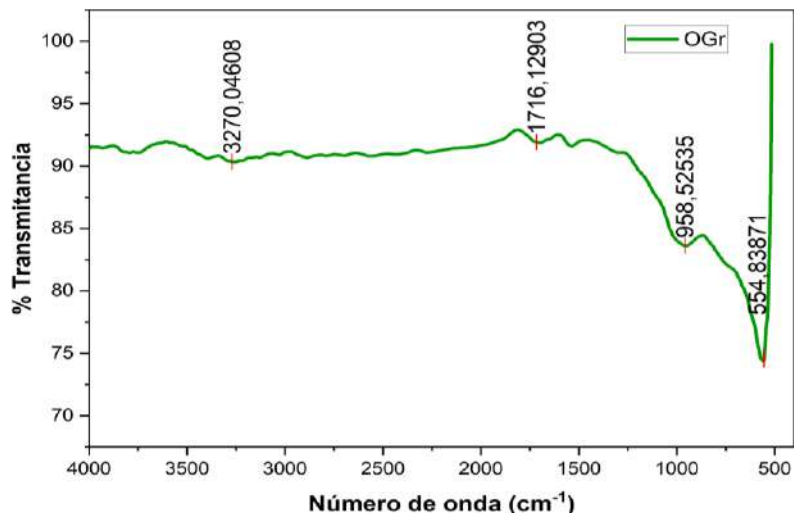


Gráfica 13-3: Espectro UV-visible del OGr

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.4.2. Espectroscopía FT-IR

El espectro FT-IR del óxido de grafeno reducido (Gráfica 14-3) muestran picos a los 3270.046 cm^{-1} y 1716.129 cm^{-1} relacionados con la vibración de estiramiento del enlace OH y $C = O$, respectivamente, cabe destacar que estos grupos oxigenados se presentan en menor intensidad con respecto al OG. Se presentó un pico a los $958,525 \text{ cm}^{-1}$ debido a la vibración de los anillos de carbono (C) y otro a los 554.838 cm^{-1} de la vibración de los anillos bencénicos. En concordancia, con lo señalado por Angamarca (2020, p. 40), en este trabajo también se identificaron bandas de vibración de grupos hidroxilo, pero mayor porcentaje de transmitancia.

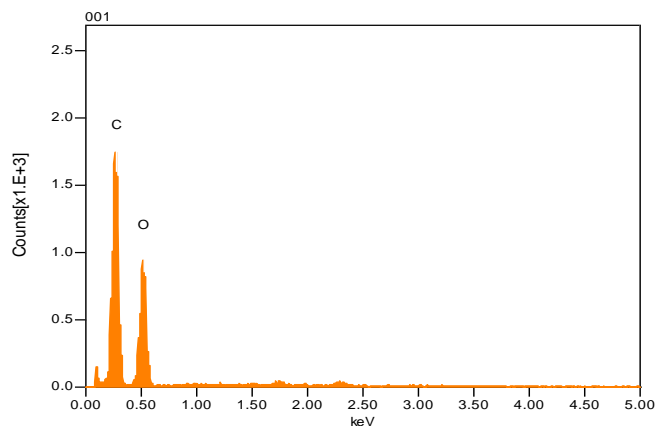


Gráfica 14-3: Espectro FT-IR del OGr

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.4.3. Espectroscopía de rayos X (EDS)

En el análisis elemental del óxido de grafeno reducido, se identificó la presencia de átomo de carbono (C) y oxígeno (O) (Gráfica 15-3). El contenido de carbono en la muestra corresponde al 63.10% y de oxígeno al 36.90%; se notó que el porcentaje de oxígeno redujo un 5.29% con respecto al óxido de grafeno lo que sugiere que la reducción usando ácido ascórbico se llevó a cabo de manera adecuada. Estos resultados poseen una diferencia significativa con los obtenidos por Lunavictoria (2020, p.31) quién señala que, en su muestra el porcentaje de oxígeno es del 18.66%. Esta diferencia, se atribuye al factor determinante de temperatura, ya que en este método se usó una mufla para el proceso de reducción, mientras que en este trabajo se empleó un agitador magnético a 90°C.



Gráfica 15-3: Análisis elemental del OGr

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

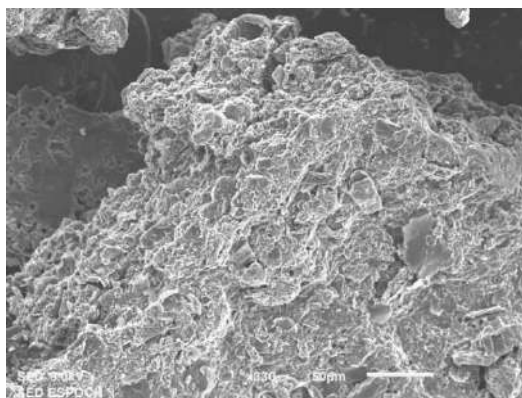
Tabla 4-3: Resultados análisis EDS de OGr

Fórmula	%masa	%átomos
C	5.79	63.10
O	4.51	36.90

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.4.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La morfología del óxido de grafeno reducido (Gráfica 16-3), con respecto a la superficie del óxido de grafeno, presenta notables diferencias. Es así como, en este caso se pueden identificar capas delgadas de grafeno superpuestas, indicando que el proceso de reducción con ácido ascórbico se dio de manera adecuada y el óxido de grafeno se exfolio en capas más delgadas y frágiles tal como lo señala Lunavictoria (2020, p.28).



Gráfica 16-3: SEM del OGr a 330X

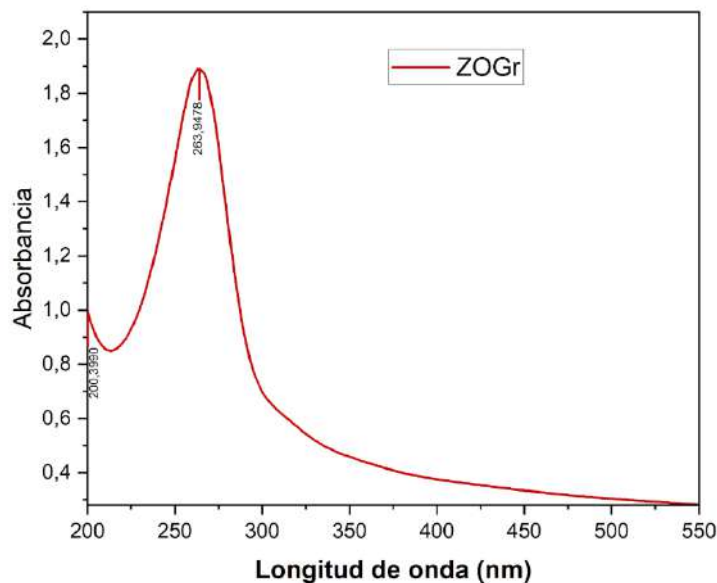
Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.5. Zeolita impregnada con óxido de grafeno reducido

3.1.5.1. Espectroscopía Uv-visible

Para obtener el nanocompuesto de zeolita y óxido de grafeno se realizaron pruebas de impregnación usando 500 y 1000mg de zeolita y óxido de grafeno reducido a 10, 5 y 2.5 mg/ml para cada caso. De acuerdo con la siguiente Gráfica, se identificó la formación de una banda de la transición $n - \sigma^*$ asociada al enlace $\text{CH}_3 - \text{NH}_2$ el cuál se presenta porque la zeolita posee antracita. Por otro lado, se

ubicar bandas menores a los 290 nm relacionadas con la transición $\pi - \pi^*$ del enlace $C = C$ característico del OGr, lo que indicaría que efectivamente la zeolita se impregnó con el OGr.

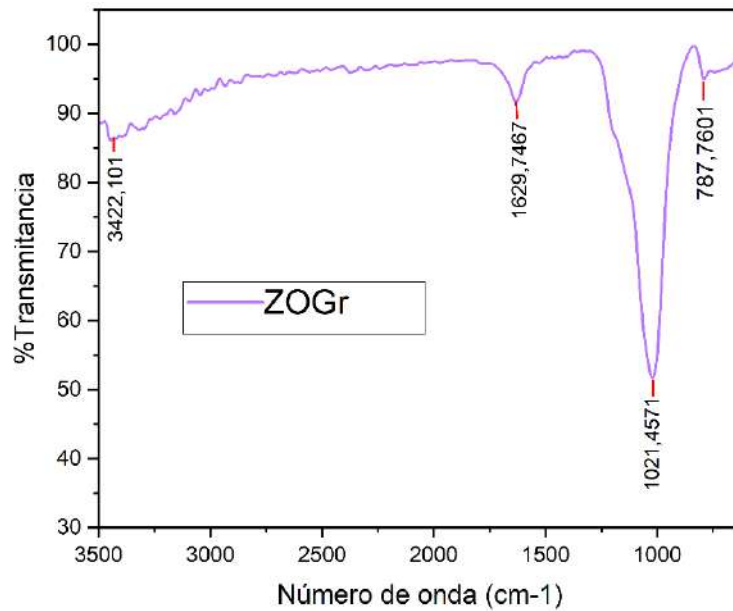


Gráfica 17-3: Espectro UV-visible del ZOGr con OGr a 5mg/ml

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.5.2. Espectroscopía FT-IR

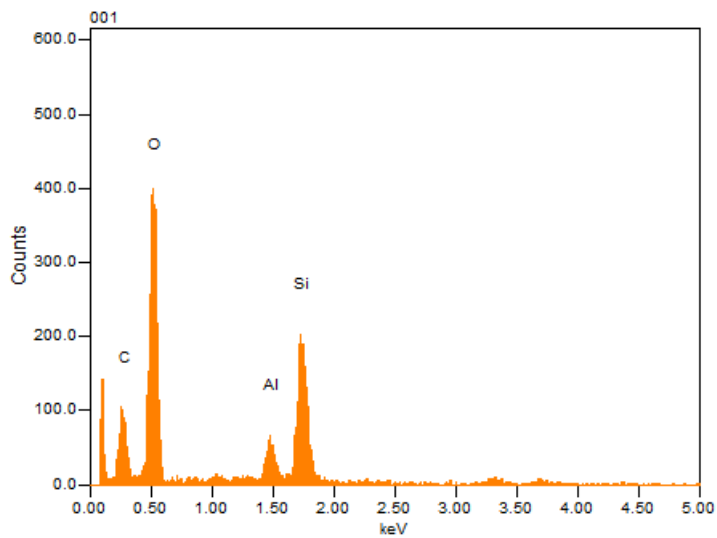
Para el nanocompuesto seleccionado de ZOGr de acuerdo con el espectro FT-IR, existe un pico de absorción predominante ubicado a los $1021,45 \text{ cm}^{-1}$, este se encuentra relacionado con la presencia de la zeolita del nanocompuesto, y corresponde a la banda de vibración del enlace Si-O-Si de los tetraedros SiO_4 propios de la zeolita. Así también se localiza una banda de adsorción a los $3422,101$ y $1629,74 \text{ cm}^{-1}$ relacionado con la vibración del carbonilo y hidroxilo, estos grupos se relacionan con los grupos oxigenados que siguen presentes en el OGr y finalmente se ubica una banda a los $787,76 \text{ cm}^{-1}$ corresponde a la vibración de estiramiento fuera del plano de los enlaces CH de los bencenos que forman parte del OGr. Así, se logra identificar grupos funcionales que señalan la presencia OGr en la superficie de la zeolita.



Gráfica 18-3: Espectro FT-IR del ZOGr con OGr a 5mg/ml

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.1.5.3. Espectroscopía de rayos X dispersiva (EDS)



Gráfica 19-3: Análisis elemental del ZOGr

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

En el espectro EDS del nanocompuesto de ZOGr se observa la presencia de C, O, Si y Al, esto es evidente debido a que el óxido de grafeno reducido tiene la presencia de C y O, mientras que, para el

caso de la zeolita natural, se evidencia en mayor cantidad el Al y Si, ya que su composición se representa como $\text{SiO}_4\text{-Al}$.

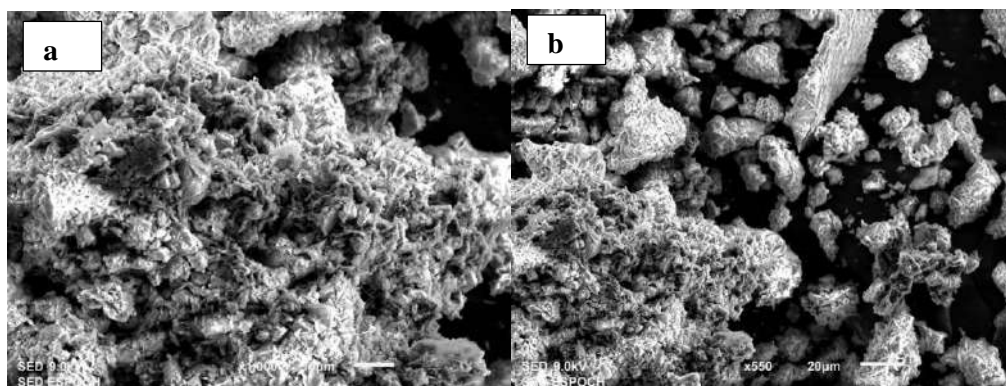
Tabla 5-3: Análisis de EDS del ZOGr.

Átomos	%masa	%Átomos
C	0.71	32.40
O	1.48	50.99
Al	0.18	3.58
Si	0.66	13.03

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Se observa que el contenido de Al en la muestra es de 3.58%, de Si de 13.03%, de C es del 32.40 % y de O es del 50.99% como se observa en la tabla 5-3, teniendo un mayor porcentaje atómico de O debido a que tanto la zeolita como en el óxido de grafeno reducido presentan átomo de oxígeno en su estructura.

3.1.5.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)



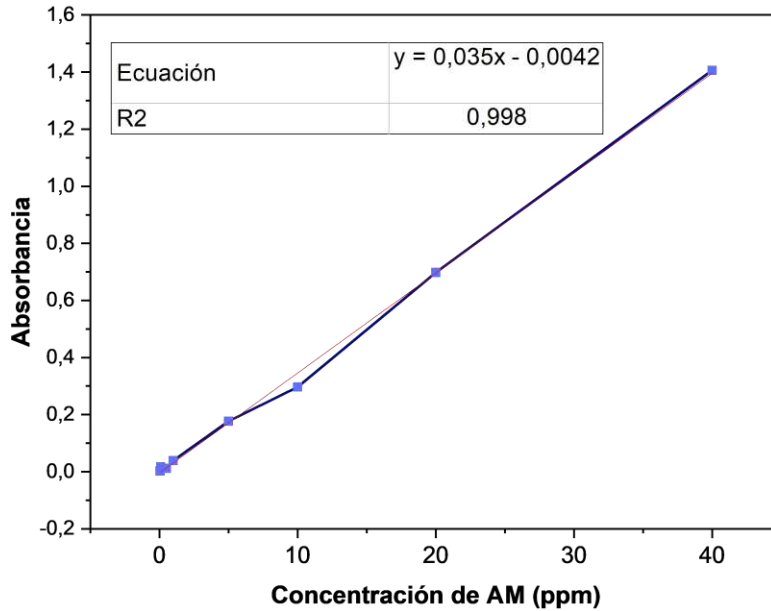
Gráfica 20-3: Superficie del nanocompuesto de ZOGr: a) a 550X y b) a 1000X

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

En la Gráfica 20-3 a). se observa la estructura cristalina de la zeolita recubierta con el OGr, mientras que en la Gráfica 20-3 b) se evidencia la estructura porosa característica del nanocompuesto.

3.2. Curva de calibración de AM

Con 8 soluciones estándar de azul de metileno se elaboró la curva de calibración, obteniendo un coeficiente de determinación de 0,998.



Gráfica 21-3: Curva estándar de calibración de AM

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.3. Pruebas de adsorción

3.3.1. Tiempo de contacto

3.3.1.1. Zeolita impregnada con óxido de grafeno (ZOG)

Se analizó el efecto del tiempo de contacto en diferentes nanocompuestos de ZOG (zeolita con óxido de grafeno), para ello se consideró la impregnación de 500 y 1000mg de zeolita natural con soluciones de OG a 10, 5 y 2,5 mg/ml para cada caso. A continuación, se presenta el estudio de la cinética de adsorción de dichos nanocompuestos.

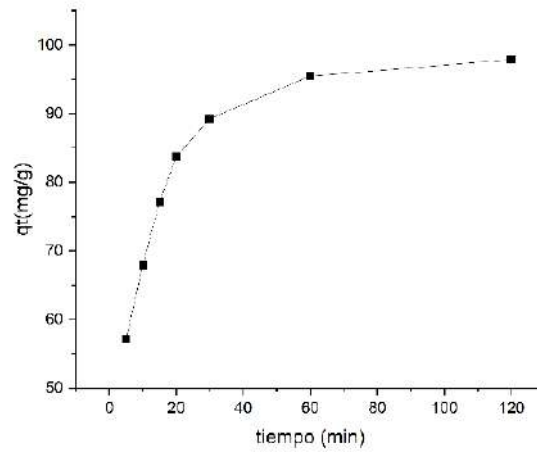
- **ZOG con 500 mg de zeolita natural (10mg/ml OG)**

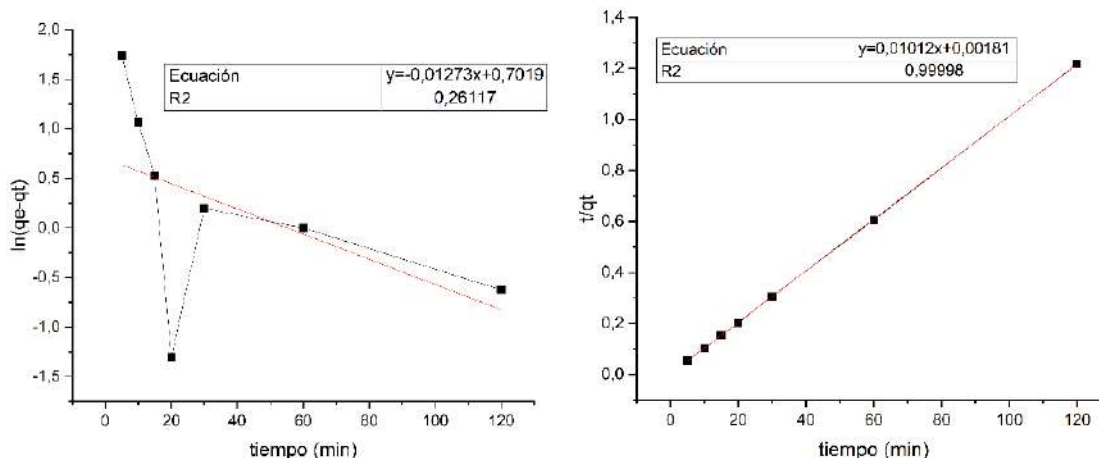
Para el estudio de la influencia del tiempo de contacto en la cinética de adsorción de este nanocompuesto, los datos de adsorción se ajustaron a los modelos de pseudo primer y segundo orden, con el fin de determinar el mejor ajuste de adsorción. En la Gráfica 21-3.a se observa el aumento progresivo de la adsorción de azul de metileno (qt) conforme aumenta el tiempo de contacto, logrando una mayor capacidad de adsorción de 99,107 mg/g a los 60 minutos (Tabla 6-3).

Tabla 6-3: Resultado de tiempo de contacto usando ZOG (10 mg/ml OG)

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	6,585	93,415	1,739	0,054
10	3,794	96,206	1,065	0,104
15	2,590	97,410	0,529	0,154
20	1,165	98,836	-1,304	0,202
30	2,113	97,888	0,198	0,306
60	0,893	99,107	0,000	0,605
120	1,430	98,571	-0,623	1,217

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022





Gráfica 22-3: a) Cinética de adsorción de ZOG (10mg/ml de OG) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el ajuste lineal de los modelos cinéticos se usaron los datos de la tabla 6-3. Así, para la cinética de pseudo primer orden (Gráfica 21-3.b) se determinó a partir de la pendiente de la ecuación lineal que K_1 tiene un valor de $0,01273 \text{ min}^{-1}$ y q_e tiene un valor de $2,01758 \text{ mg/g}$, el cual difiere en un alto grado del valor obtenido ($99,107 \text{ mg/g}$) indicando que el modelo de pseudo primer orden no se ajusta a la cinética de adsorción. El valor del coeficiente de determinación (R^2) es $0,26117$, al ser muy lejano a 1, se señala que los datos no tienen correlación y, por tanto, la cinética de adsorción no se ajusta al modelo de pseudo primer orden.

Por otra parte, la Gráfica 21-3.c, de la cinética de pseudo segundo orden dio un valor de K_2 $0,0565825 \text{ min}^{-1}$ y q_e de $98,814229 \text{ mg/g}$, el cual se asemeja al valor obtenido experimentalmente. Por otro lado, el valor de R^2 fue de $0,99998$, lo cual señala que la cinética de adsorción se puede describir mediante el modelo de pseudo segundo orden.

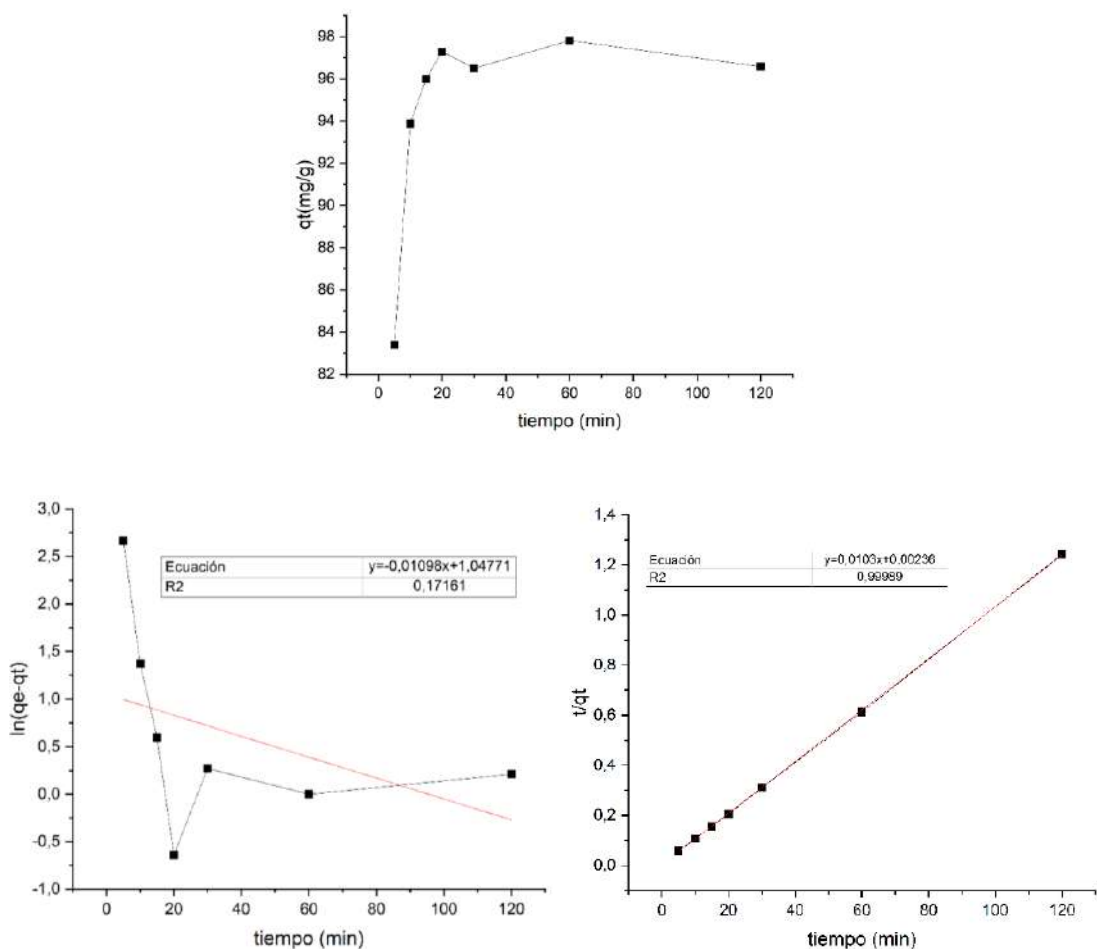
- **ZOG con 500 mg de zeolita natural (5mg/ml OG)**

Los datos de adsorción se ajustaron a los modelos de pseudo primer y segundo orden, con el fin de determinar el modelo al cual se ajuste la cinética de adsorción. En la Gráfica 22-3.a se observa el aumento progresivo de la adsorción de azul de metileno (qt) conforme aumenta el tiempo de contacto, logrando una mayor capacidad de adsorción de $97,811 \text{ mg/g}$ al cabo de 60 minutos (Tabla 7-3).

Tabla 7-3: Resultado de tiempo de contacto usando ZOG (5mg/ml OG).

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	16,601	83,400	2,668	0,060
10	6,131	93,870	1,372	0,106
15	4,006	95,995	0,597	0,156
20	2,717	97,284	-0,640	0,206
30	3,502	96,499	0,272	0,311
60	2,189	97,811	0,000	0,613
120	3,424	96,576	0,211	1,242

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 23-3: a) Cinética de adsorción de ZOG (5mg/ml de OG) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el ajuste lineal de los modelos cinéticos se usaron los datos de la tabla 7-3. Así, para la cinética de pseudo primer orden (Gráfica 22-3.b) se determinó a partir de la pendiente de la ecuación lineal que K_1 tiene un valor de $0,01098 \text{ min}^{-1}$ y q_e tiene un valor de $2,85111 \text{ mg/g}$, el cual difiere en un alto grado del valor obtenido experimentalmente ($97,811 \text{ mg/g}$) indicando que el modelo de pseudo primer orden no se ajusta a la cinética de adsorción. El valor del coeficiente de determinación (R^2) es $0,17161$, al ser muy lejano a 1, se señala que los datos no tienen correlación y, por tanto, la cinética de adsorción no se ajusta al modelo de pseudo primer orden.

Por otra parte, la Gráfica 22-3.c, de la cinética de pseudo segundo orden dio un valor de K_2 $0,044953 \text{ min}^{-1}$ y q_e de $97,087378 \text{ mg/g}$, el cual se asemeja al valor obtenido experimentalmente. Por otro lado, el valor de R^2 fue de $0,99989$, lo cual señala que la cinética de adsorción se puede describir mediante el modelo de pseudo segundo orden.

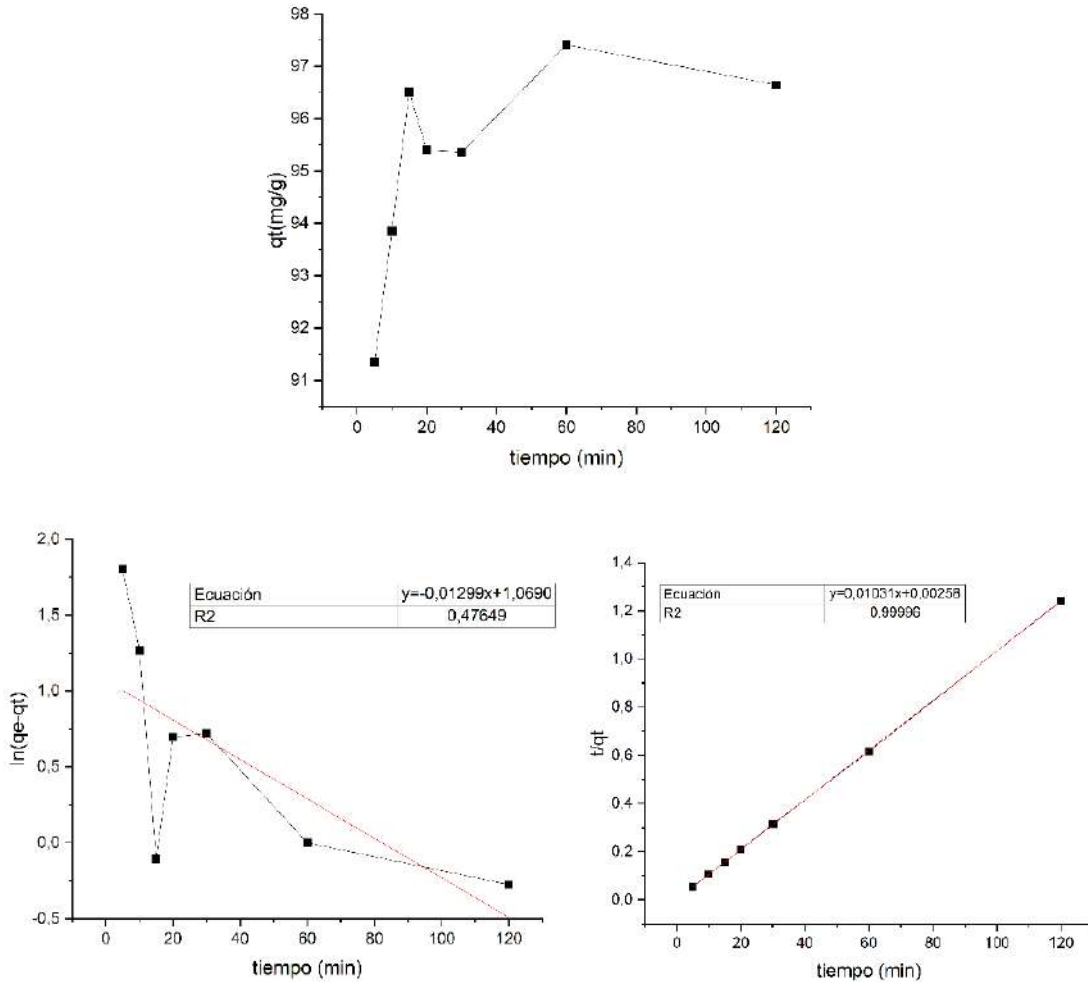
- **ZOG con 500 mg de zeolita natural (2,5mg/ml OG)**

Para el estudio de la influencia del tiempo de contacto en la cinética de adsorción de este nanocompuesto, los datos de adsorción se ajustaron a los modelos de pseudo primer y segundo orden, con el fin de determinar el mejor ajuste a la cinética de adsorción. En la Gráfica 23-3.a se observa el aumento progresivo de la adsorción de azul de metileno (qt) conforme aumenta el tiempo de contacto, logrando una mayor capacidad de adsorción de $97,411 \text{ mg/g}$ a los 60 minutos (Tabla 8-3).

Tabla 8-3: Resultado de tiempo de contacto usando ZOG.

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	8,650	91,350	1,802	0,055
10	6,147	93,854	1,269	0,106
15	3,487	96,513	-0,108	0,155
20	4,599	95,401	0,698	0,210
30	4,642	95,358	0,719	0,315
60	2,590	97,411	0,000	0,616
120	3,349	96,651	-0,275	1,241

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 24-3: a) Cinética de adsorción de ZOG (2,5mg/ml de OG) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el ajuste lineal de los modelos cinéticos se usaron los datos de la tabla 8-3. Así, para la cinética de pseudo primer orden (Gráfica 23-3.b) se determinó a partir de la pendiente de la ecuación lineal que K_1 tiene un valor de $0,01299 \text{ min}^{-1}$ y q_e tiene un valor de $2,912465 \text{ mg/g}$, el cual difiere en un alto grado del valor obtenido ($97,411 \text{ mg/g}$) indicando que el modelo de pseudo primer orden no se ajusta a la cinética de adsorción. El valor del coeficiente de determinación (R^2) es $0,47649$, al ser muy lejano a 1, se señala que los datos no tienen correlación y, por tanto, la cinética de adsorción no se ajusta al modelo de pseudo primer orden.

Por otra parte, la Gráfica 23-3.c, de la cinética de pseudo segundo orden dio un valor de K_2 $0,04120 \text{ min}^{-1}$ y q_e de $96,99321 \text{ mg/g}$, el cual se asemeja al valor obtenido experimentalmente. Por otro

lado, el valor de R^2 fue de 0,99996, lo cual señala que la cinética de adsorción se puede describir mediante el modelo de pseudo segundo orden.

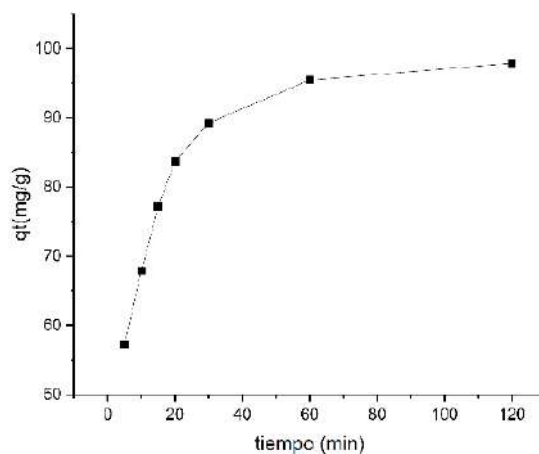
- **ZOG con 1000 mg de zeolita natural (10mg/ml OG)**

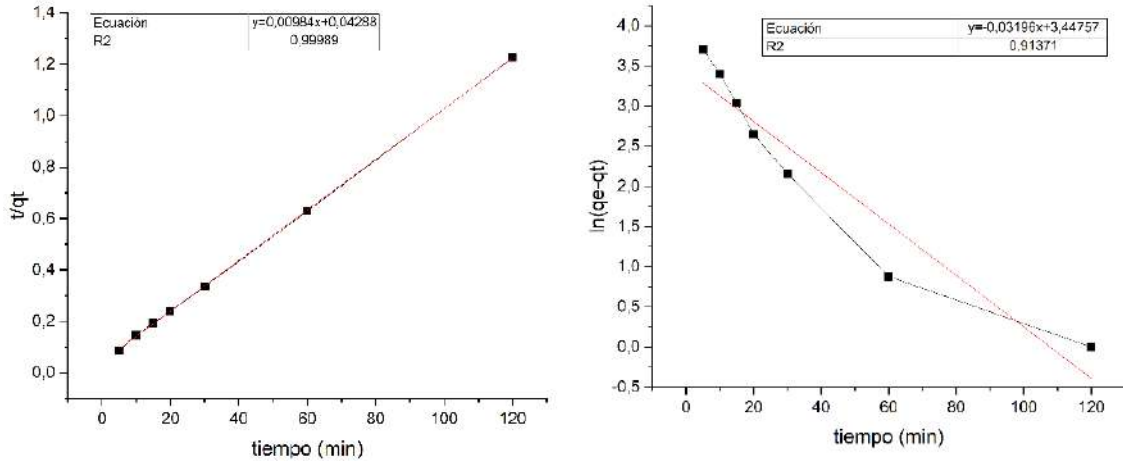
Para el estudio de la influencia del tiempo de contacto en la cinética de adsorción los datos de adsorción se ajustaron a los modelos de pseudo primer y segundo orden, con el fin de determinar el mejor ajuste de adsorción. En la Gráfica 24-3.a se observa el aumento progresivo de la adsorción de azul de metileno (q_t) conforme aumenta el tiempo de contacto, logrando una mayor capacidad de adsorción de 97,877 mg/g a los 120 minutos (Tabla 9-3).

Tabla 9-3: Resultado de tiempo de contacto usando ZOG.

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	42,801	57,199	3,706	0,087
10	32,096	67,904	3,400	0,147
15	22,892	77,108	3,033	0,194
20	16,275	83,725	2,650	0,239
30	10,768	89,232	2,157	0,336
60	4,529	95,471	0,878	0,628
120	2,123	97,877	0,000	1,226

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.





Gráfica 25-3: a) Cinética de adsorción de ZOG (10mg/ml de OG) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el ajuste lineal de los modelos cinéticos se usaron los datos de la tabla 9-3. Así, para la cinética de pseudo primer orden (Gráfica 24-3.b) se determinó a partir de la pendiente de la ecuación lineal que K_1 tiene un valor de $0,03196 \text{ min}^{-1}$ y q_e tiene un valor de $31,423939 \text{ mg/g}$, el cual difiere del valor obtenido ($97,877 \text{ mg/g}$) indicando que el modelo de pseudo primer orden no se ajusta a la cinética de adsorción. El valor del coeficiente de determinación (R^2) es $0,91371$, siendo este valor cercano a 1, sin embargo, en el modelo de pseudo según orden se obtiene un valor más cercano a 1, lo cual señala que estos datos tienen correlación moderadamente y, por tanto, la cinética de adsorción no se ajusta por completo al modelo de pseudo primer orden.

Por otra parte, la Gráfica 24-3.c, de la cinética de pseudo segundo orden dio un valor de K_2 $0,002258 \text{ min}^{-1}$ y q_e de $101,626016 \text{ mg/g}$, el cual es cercano al valor obtenido experimentalmente. Por otro lado, el valor de R^2 fue de $0,99989$, lo cual señala que la cinética de adsorción se puede describir mediante el modelo de pseudo segundo orden.

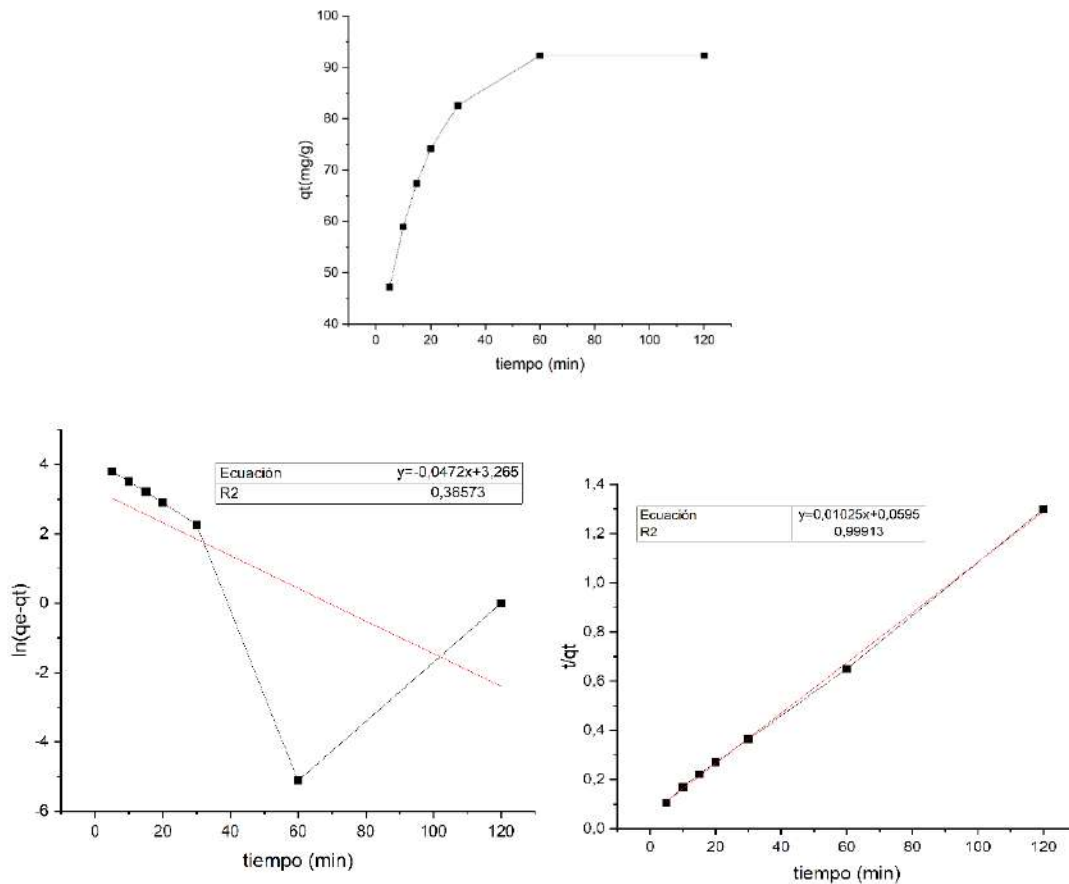
- **ZOG con 1000 mg de zeolita natural (5mg/ml OG)**

La influencia del tiempo de contacto en la cinética de adsorción del nanocompuesto se estudia al ajustar los valores a los modelos de pseudo primer y segundo orden, con el fin de determinar el mejor ajuste de adsorción. En la Gráfica 25-3.a se observa el aumento progresivo de la adsorción de azul de metileno (q_t) conforme aumenta el tiempo de contacto, logrando una mayor capacidad de adsorción de $92,288 \text{ mg/g}$ a los 120 minutos (Tabla 10-3).

Tabla 10-3: Resultado de tiempo de contacto usando ZOG.

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	52,792	47,208	3,808	0,106
10	41,092	58,908	3,508	0,170
15	32,607	67,393	3,215	0,222
20	25,862	74,138	2,899	0,270
30	17,425	82,575	2,273	0,363
60	7,718	92,282	-5,116	0,650
120	7,712	92,288	0,000	1,300

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 26-3: a) Cinética de adsorción de ZOG (5mg/ml de OG) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el ajuste lineal de los modelos cinéticos se usaron los datos de la tabla 10-3. Así, para la cinética de pseudo primer orden (Gráfica 25-3.b) se determinó a partir de la pendiente de la ecuación lineal que K_1 tiene un valor de $0,0472 \text{ min}^{-1}$ y q_e tiene un valor de $26,1801 \text{ mg/g}$, el cual difiere en un alto grado del valor obtenido ($92,282 \text{ mg/g}$) indicando que el modelo de pseudo primer orden no se ajusta a la cinética de adsorción. El valor del coeficiente de determinación (R^2) es $0,36573$, al ser muy lejano a 1, se señala que los datos no tienen correlación y, por tanto, la cinética de adsorción no se ajusta al modelo de pseudo primer orden.

Por otra parte, la Gráfica 25-3.c, de la cinética de pseudo segundo orden dio un valor de K_2 $0,0014 \text{ min}^{-1}$ y q_e de $97,56098 \text{ mg/g}$, el cual se asemeja al valor obtenido experimentalmente. Por otro lado, el valor de R^2 fue de $0,99913$, lo cual señala que la cinética de adsorción se puede describir mediante el modelo de pseudo segundo orden.

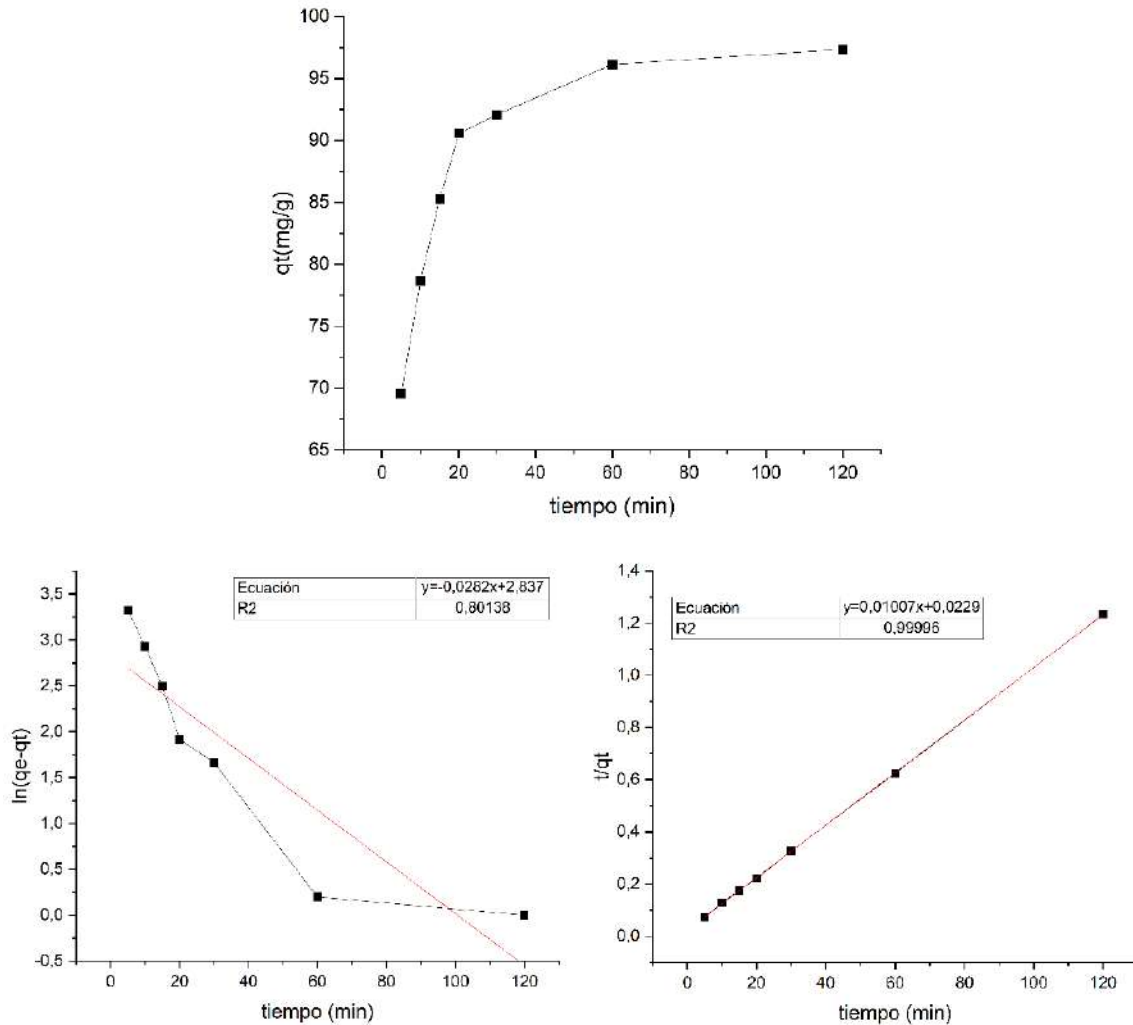
- **ZOG con 1000 mg de zeolita natural (2,5mg/ml OG)**

Para el estudio de la influencia del tiempo de contacto en la cinética de adsorción de este nanocompuesto, los datos de adsorción se ajustaron a los modelos de pseudo primer y segundo orden, con el fin de determinar el mejor ajuste de adsorción. En la Gráfica 26-3.a se observa el aumento progresivo de la adsorción de azul de metileno (qt) conforme aumenta el tiempo de contacto, logrando una mayor capacidad de adsorción de $97,347 \text{ mg/g}$ a los 120 minutos (Tabla 11-3).

Tabla 11-3: Resultado de tiempo de contacto usando ZOG.

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	30,440	69,560	3,324	0,072
10	21,349	78,651	2,928	0,127
15	14,778	85,222	2,495	0,176
20	9,454	90,546	1,917	0,221
30	7,929	92,071	1,663	0,326
60	3,873	96,127	0,199	0,624
120	2,653	97,347	0,000	1,233

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 27-3: a) Cinética de adsorción de ZOG (2,5mg/ml de OG) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el ajuste lineal de los modelos cinéticos se usaron los datos de la tabla 11-3. Así, para la cinética de pseudo primer orden (Gráfica 26-3.b) se determinó a partir de la pendiente de la ecuación lineal que K_1 tiene un valor de $0,0282 \text{ min}^{-1}$ y q_e tiene un valor de $17,0645 \text{ mg/g}$, el cual difiere en un alto grado del valor obtenido ($97,347 \text{ mg/g}$) indicando que el modelo de pseudo primer orden no se ajusta a la cinética de adsorción. El valor del coeficiente de determinación (R^2) es $0,80138$, al ser muy lejano a 1, se señala que los datos no tienen correlación y, por tanto, la cinética de adsorción no se ajusta al modelo de pseudo primer orden.

Por otra parte, la Gráfica 26-3.c, de la cinética de pseudo segundo orden dio un valor de K_2 $0,0044282 \text{ min}^{-1}$ y q_e de $99,30487 \text{ mg/g}$, el cual se asemeja al valor obtenido experimentalmente.

Por otro lado, el valor de R^2 fue de 0,99996, lo cual señala que la cinética de adsorción se puede describir mediante el modelo de pseudo segundo orden.

3.3.1.2. Zeolita impregnada con óxido de grafeno reducido (ZOGr)

Se analizó el efecto del tiempo de contacto en diferentes nanocompuestos de ZOGr (zeolita con óxido de grafeno reducido), para ello se consideró la impregnación de 500 y 1000mg de zeolita natural con soluciones de OGr a 10, 5 y 2,5 mg/ml para cada caso. A continuación, el estudio la cinética de adsorción de dichos nanocompuestos.

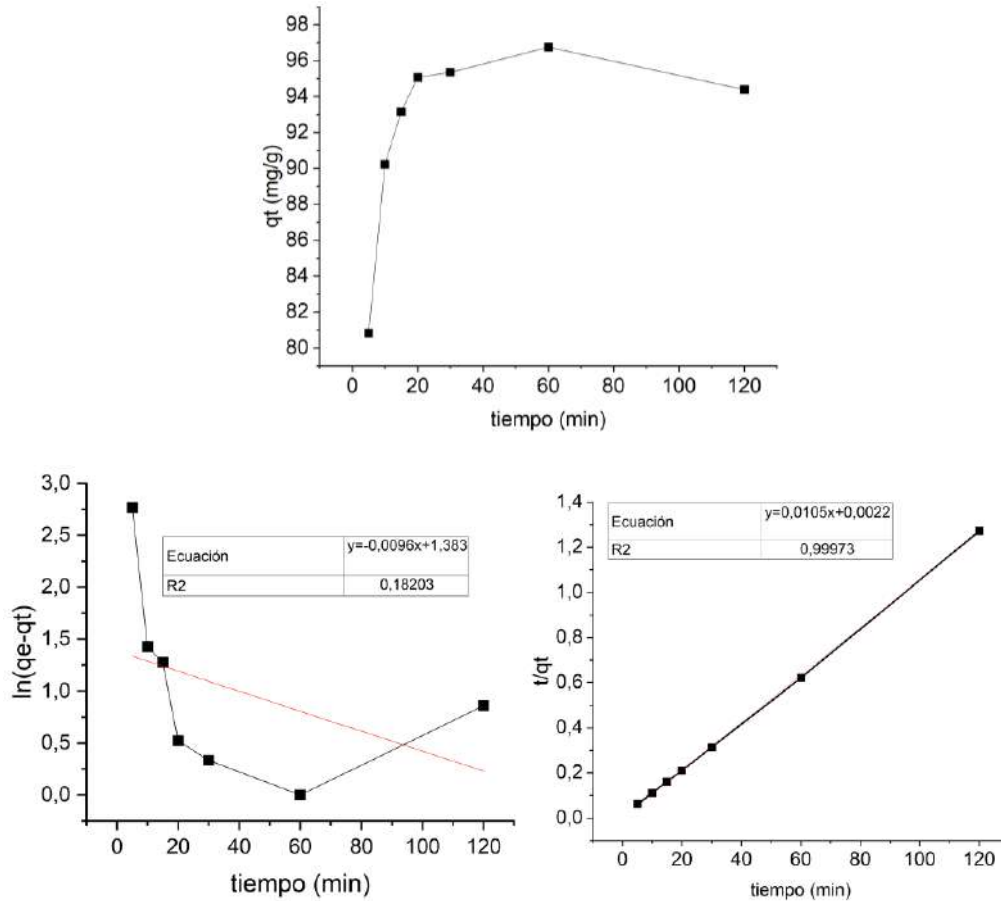
- **ZOGr con 500 mg de zeolita natural (10mg/ml OGr)**

Para el estudio de la influencia del tiempo de contacto en la cinética de adsorción de diferentes nanocompuestos de ZOGr, los datos de adsorción se ajustaron a los modelos de pseudo primer y segundo orden, con el fin de determinar el mejor ajuste de adsorción. En la Gráfica 24-3.a se observa el aumento progresivo de la cantidad de azul de metileno (q_t) adsorbido conforme aumenta el tiempo de contacto, logrando una mayor capacidad de adsorción de 96,748 mg/g a los 60 minutos (Tabla 12-3).

Tabla 12-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr.

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	19,166	80,834	2,767	0,062
10	9,772	90,228	1,425	0,111
15	6,834	93,166	1,276	0,161
20	4,940	95,060	0,523	0,210
30	4,651	95,349	0,335	0,315
60	3,252	96,748	0,000	0,620
120	5,615	94,385	0,860	1,271

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 28-3: a) Cinética de adsorción de ZOGGr (10mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el ajuste lineal de los modelos cinéticos se usaron los datos de la tabla 12-3. Para la cinética de pseudo primer orden (Gráfica 27-3.b) el valor de K_1 , obtenido a partir de la pendiente de la ecuación lineal fue de $0,0096 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un q_e de $3,986 \text{ mg/g}$, que difiere en un alto grado al obtenido de manera empírica ($96,748 \text{ mg/g}$) lo que sugiere que el modelo no es satisfactorio para este proceso de adsorción. Así también, el coeficiente de determinación (R^2) tiene un valor de $0,182$, muy lejano a 1 , lo que señala que los datos no tienen correlación y, por tanto, la cinética de adsorción no se ajusta al modelo de pseudo primer orden.

Por otra parte, la Gráfica 26-3.c, de la cinética de pseudo segundo orden arrojó un valor de K_2 $0,0501 \text{ min}^{-1}$ y q_e de $95,238 \text{ mg/g}$ el cuál se asemeja al valor obtenido experimentalmente. Por otro lado, el valor de R^2 fue de $0,999$ lo cuál señala que los datos en el modelo cinético de pseudo segundo orden se correlacionan entre sí, y el proceso puede describirse mediante este modelo.

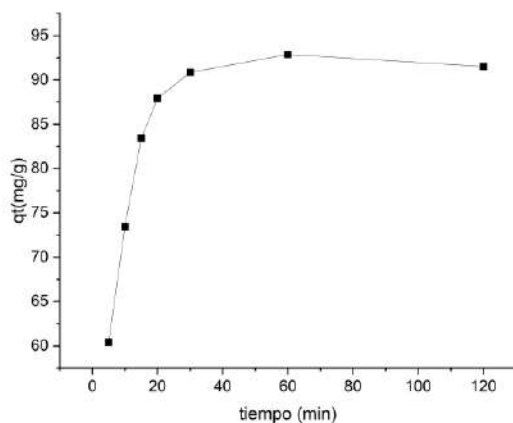
- **ZOGr con 500 mg de zeolita natural (5 mg/ml OGr)**

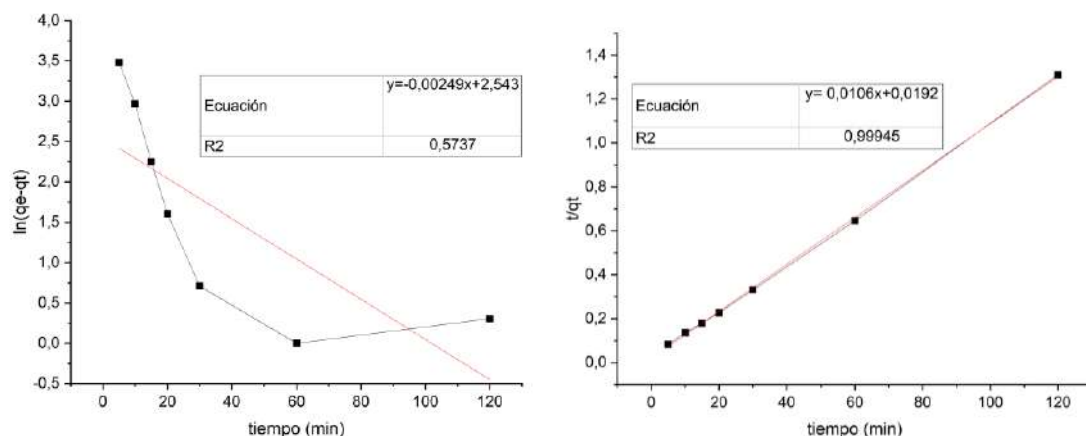
Según la Gráfica 29-3.a q_t , la masa de azul de metileno (q_t) adsorbida aumenta de manera gradual con el paso del tiempo, consiguiendo adsorber un valor máximo de 92,880 mg/g de colorante (AM) a los 60 minutos.

Tabla 13-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr.

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	39,581	60,419	3,480	0,083
10	26,521	73,479	2,965	0,136
15	16,584	83,416	2,247	0,180
20	12,097	87,903	1,605	0,228
30	9,155	90,845	0,711	0,330
60	7,120	92,880	0,000	0,646
120	8,479	91,521	0,307	1,311

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.





Gráfica 29-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr (5 mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Los datos de la tabla 13-3 fueron usados para el ajuste al modelo cinético de pseudo primer orden. Así, para la cinética de pseudo primer orden (Gráfica 29-3. b) a partir de la pendiente de la ecuación lineal se identificó que K_1 tiene un valor de $0,00249 \text{ min}^{-1}$. Además, se determinó que el valor de q_e calculado es de $12,717 \text{ mg/g}$ y difiere del obtenido experimentalmente que es de $92,880 \text{ mg/g}$. Así también, el coeficiente de determinación (R^2) tiene un valor de $0,573$, por lo que el modelo de pseudo primer orden no es el indicado para la descripción de este proceso de adsorción.

Al ajustar los datos a la cinética de pseudo segundo orden, se identificó que el valor de K_2 $0,00585 \text{ min}^{-1}$ y q_e de $94,339 \text{ mg/g}$ similar al valor de $92,880 \text{ mg/g}$ obtenido empíricamente, esto sugiere que la cinética de adsorción de este experimento es de pseudo segundo orden. Lo último se corrobora ya que el valor de R^2 fue de $0,999$ indicando que los datos en el modelo cinético de pseudo segundo orden se correlacionan entre sí, y el proceso puede describirse mediante este modelo.

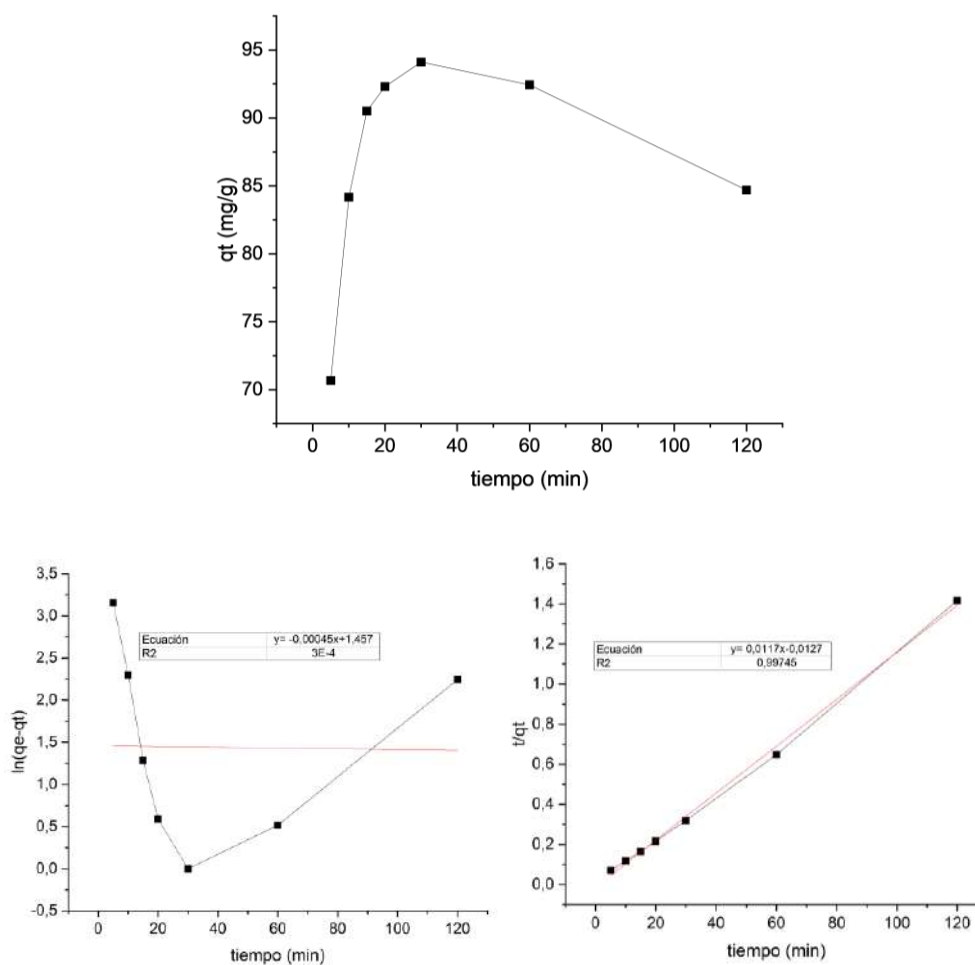
- **ZOGr con 500 mg de zeolita natural (2.5 mg/ml OGr)**

Para el estudio de la cinética de adsorción primero, se estudió el comportamiento de q_t en función del tiempo, así, en la Gráfica se observa que a los 30 minutos de alcanza la adsorción de $94,114 \text{ mg/g}$ de AM.

Tabla 14-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr.

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	29,328	70,672	3,155	0,071
10	15,829	84,171	2,297	0,119
15	9,492	90,508	1,283	0,166
20	7,691	92,309	0,591	0,217
30	5,886	94,114	0,000	0,319
60	7,567	92,433	0,519	0,649
120	15,309	84,691	2,243	1,417

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 30-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr (2,5 mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Usando los datos de la tabla 14-3, para graficar el modelo de pseudo primer orden, se encontró el coeficiente cinético K_1 partir de la pendiente de la Gráfica 30-3.b, teniendo un valor de $0,00045min^{-1}$, un valor de q_e teorico de $4,293mg/g$ que se diferencia significativa del valor q_e experimental que fue de $91,759 mg/g$. Además, el coeficiente de determinación fue de $0,0003$ e indica que este modelo no es eficaz para este proceso.

Con el ajuste del modelo cinético de pseudo segundo orden se determinó que el valor de K_2 es de $0,0107min^{-1}$, el q_e hallado a partir de la pendiente de la Gráfica 30-3.b fue de $85,47mg/g$ el cuál se acerca ligeramente al valor experimental que fue de $94,114mg/g$; sugiriendo que la cinética corresponde al modelo de pseudo segundo orden, lo cual se justifica con el valor de R^2 que fue de $0,997$.

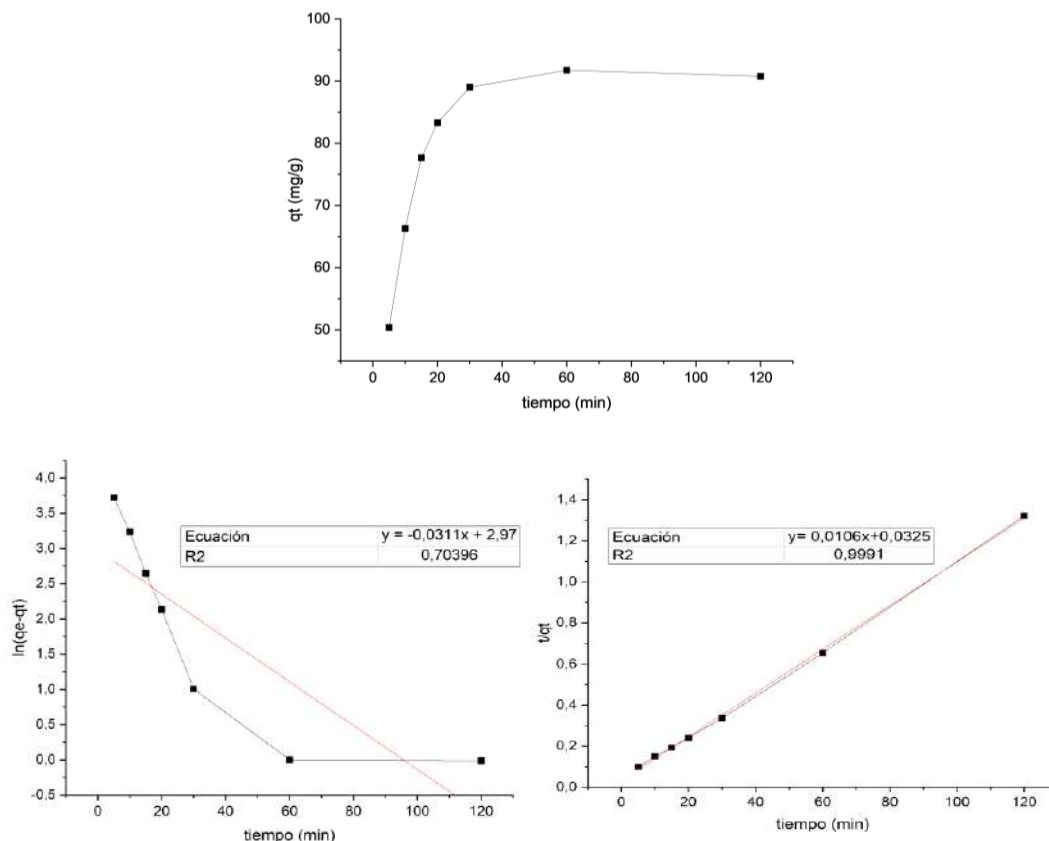
- **ZOGr con 1000 mg de zeolita natural (10mg/ml OGr)**

Se usó los datos de la tabla 15-3 para determinar que el valor q_t aumenta progresivamente con el tiempo, hasta alcanzar una capacidad de adsorción de $91,759 mg/g$ de colorante luego de los 60 minutos (Gráfica 31-3.a)

Tabla 15-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr.

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	49,614	50,386	3,723	0,099
10	33,695	66,305	3,237	0,151
15	22,316	77,684	2,644	0,193
20	16,693	83,307	2,134	0,240
30	10,979	89,021	1,007	0,337
60	8,241	91,759	0,000	0,654
120	9,229	90,771	-0,012	1,322

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 31-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr (10mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,0311 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de 19,49 mg/g que difiere del q_e experimental que fue de 91,759 mg/g, lo que sugiere que los datos de adsorción no describen un modelo de pseudo primer orden; lo cual se confirma con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,703$)

Al linealizar los datos al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 31-3.c), el valor de K_2 fue de $0,00345 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico y experimental fueron cercanos, dando valores de 94,339 mg/g y 91,759 mg/g respectivamente. El valor de R^2 (0,999) sugirió que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

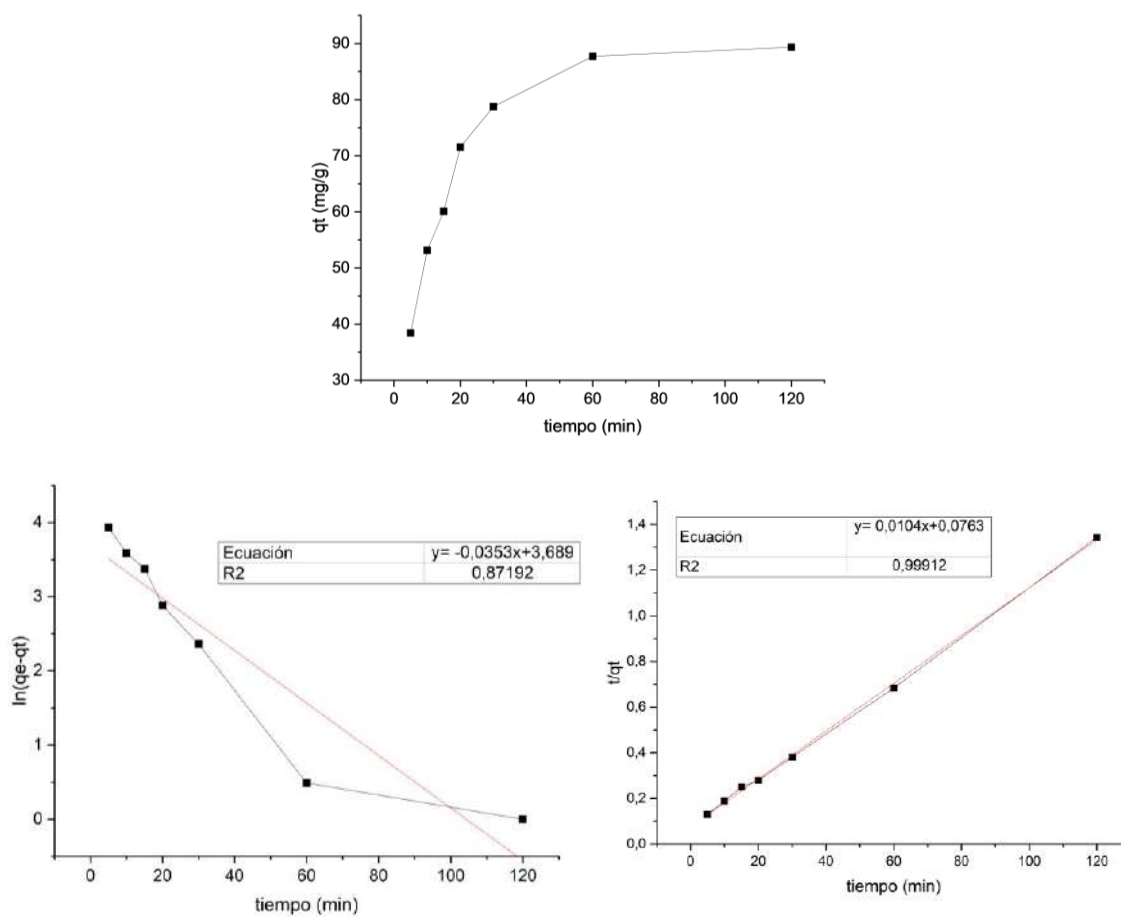
- **ZOGr con 1000 mg de zeolita natural (5 mg/ml OGr)**

El análisis cinético de ZOGr con 5mg/ml de OGr, indica que el valor de q_t aumenta progresivamente con el tiempo (Gráfica 31-3.a) hasta obtener una capacidad de adsorción de 89,345mg/g de colorante a los 120 minutos.

Tabla 16-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr.

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	61,570	38,430	3,930	0,1301
10	46,848	53,152	3,589	0,1881
15	39,902	60,098	3,376	0,2496
20	28,470	71,530	2,880	0,2796
30	21,253	78,747	2,361	0,3810
60	12,286	87,714	0,489	0,6840
120	10,655	89,345	0,000	1,3431

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 32-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr (5mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Al ajustar los datos de la tabla 16-3 al modelo de pseudo primer orden, a partir de la pendiente se determinó que K_1 tuvo un valor de $0,0353\text{min}^{-1}$. Usando el dato del intercepto, se halló un valor de q_e teórico de 40,004 mg/g mientras que el valor experimental fue de 89,345 mg/g, finalmente el coeficiente de determinación ($R^2 = 0,8071$) indicó que este modelo no describe de manera eficaz el comportamiento del proceso.

Por otra parte, al linealizar los datos al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 31-3.c), se encontró un valor K_2 de $0,0614\text{min}^{-1}$, se halló datos de q_e teórico y experimental similares, que fueron 96,153 mg/g y 89,345mg/g respectivamente. Conociendo que el valor de R^2 de 0,999 se determinó, que el proceso tiene una cinética de pseudo segundo orden.

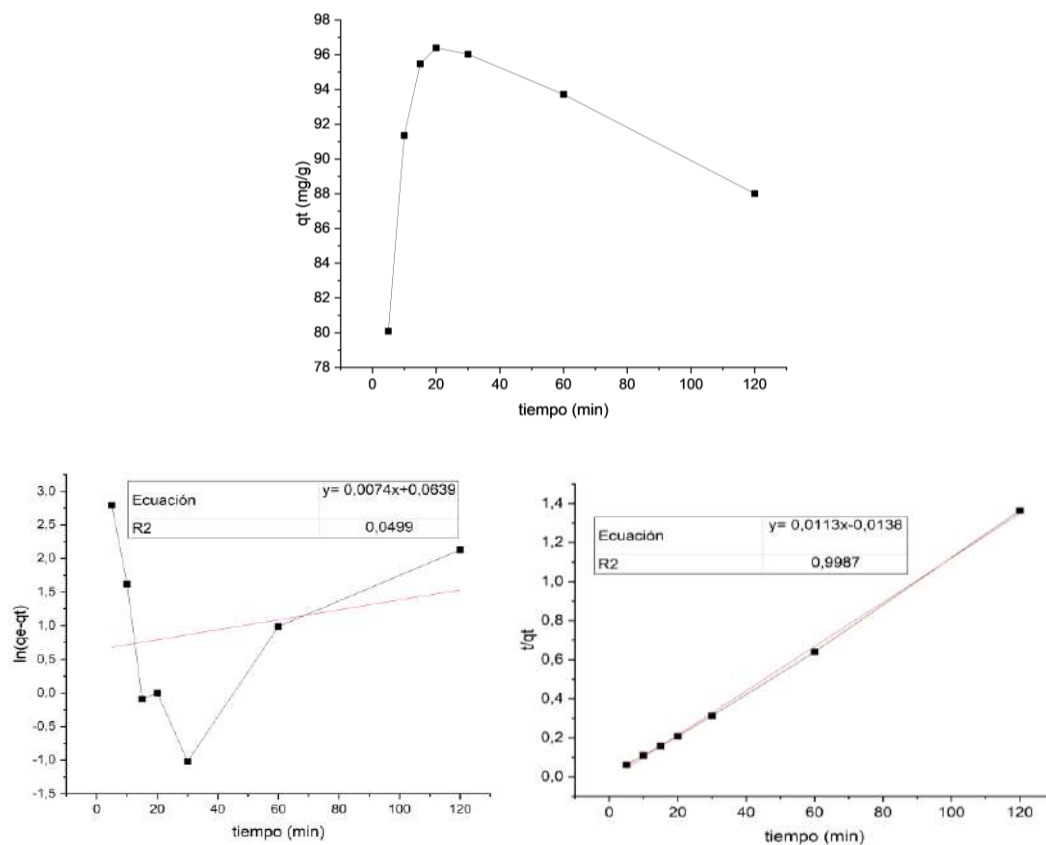
- **ZOGr con 1000 mg de zeolita natural (2.5 mg/ml OGr)**

En la Gráfica 32-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOGr, q_t aumenta con respecto al tiempo consiguiendo una capacidad de adsorción de 96,395 mg/g de colorante a los 20 minutos, luego de lo cual empieza a descender.

Tabla 17-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
5	19,912	80,088	2,792	0,0624
10	8,647	91,353	1,618	0,1095
15	4,519	95,481	-0,090	0,1571
20	3,605	96,395	0,000	0,2075
30	3,966	96,034	-1,018	0,3124
60	6,281	93,719	0,984	0,6402
120	11,990	88,010	2,126	1,3635

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 33-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr (2,5mg/ml de OGr) a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Se realizó una linealización para obtener la Gráfica 32-3. b del modelo de pseudo primer orden, se determinó que K_1 es igual a $0,0074 \text{ min}^{-1}$, q_e teórico de $1,065 \text{ mg/g}$ que difiere frente al valor experimental de $96,395 \text{ mg/g}$. Finalmente, con el coeficiente de determinación ($R^2 = 0,049$) se determinó que los datos no se correlacionan por lo que este modelo no es adecuado para el proceso.

Para el modelo de pseudo segundo orden, K_2 tuvo un valor $0,00925 \text{ min}^{-1}$, q_e teórico fue de $88,496 \text{ mg/g}$ cercano al valor obtenido experimentalmente, lo que sugiere que la cinética de adsorción es de pseudo orden. Lo último se corrobora con el valor de R^2 igual a $0,998$, el cual se acerca más a 1 en contraste con el valor de la ecuación de pseudo primer orden.

Para estudiar el efecto de los factores de pH, concentración y temperatura, se escogió al nanocompuesto que no muestra desorción durante el proceso, en este caso es ZOG con 1000 mg de zeolita y OG a una concentración de 10 mg/mL y ZOGr con 1000 mg de zeolita y OGr a una concentración de 5 mg/mL ; por lo que este será utilizado en el resto de las pruebas.

Al analizar los resultados tanto para ZOG como ZOGr se evidencia que mientras más tiempo este en contacto la solución de azul de metileno con el nanocompuesto, la concentración de azul de metileno disminuye, demostrando que la capacidad de adsorción de los nanocompuestos aumenta conforme transcurre el tiempo, además se puede mencionar que se tiene una mayor capacidad de adsorción en el transcurso de 60 o 120 minutos, pudiendo señalar que para la decoloración de los efluentes a partir de un tratamiento biológico, se necesita de tiempos prolongados en este tipo de procesos, así como lo menciona (Castellar, G. et al., 2013, p. 2).

3.3.2. Efecto del pH

3.3.2.1. ZOG (Z:1000mg; OG:10mg/mL)

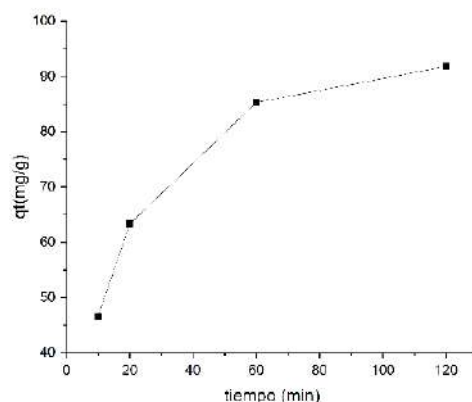
- A un pH de 5

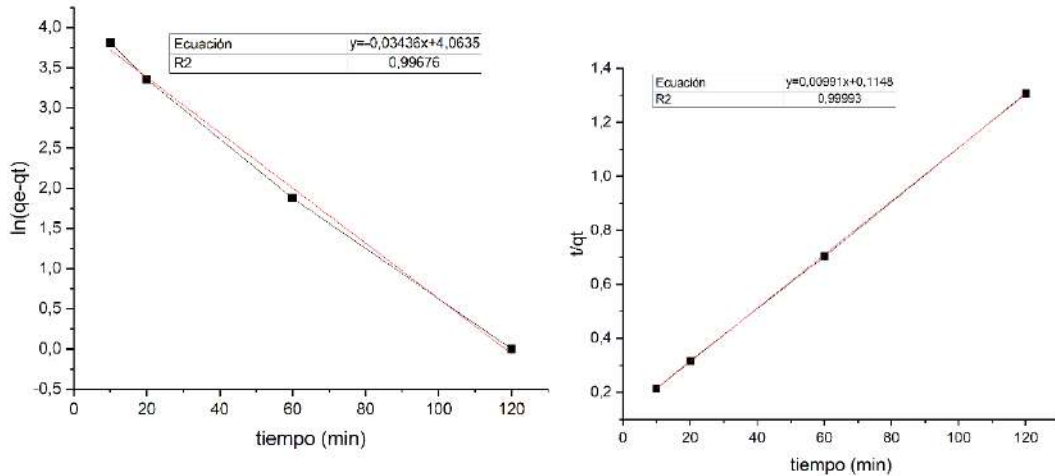
En la Gráfica 33-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOG, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de 91,822 mg/g de colorante con un pH de 5 a los 120 minutos.

Tabla 18-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOG a un pH de 5

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	53,425	46,575	3,812	0,215
20	36,701	63,299	3,351	0,316
60	14,702	85,298	1,875	0,703
120	8,178	91,822	0,000	1,307

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.





Gráfica 34-3: a) Cinética de adsorción de ZOG, pH 5 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,03436 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $91,822 \text{ mg/g}$ que difiere del q_e experimental que fue de $58,17758 \text{ mg/g}$, lo que sugiere que los datos de adsorción no describen un modelo de pseudo primer orden; lo cual se confirma con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,99676$)

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 34-3.c), el valor de K_2 fue de $0,0008555 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $100,9082 \text{ mg/g}$ y el q_e experimental $91,822 \text{ mg/g}$, ya que tienen valores cercanos se ajusta a este modelo. El valor de R^2 ($0,99993$) sugirió que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

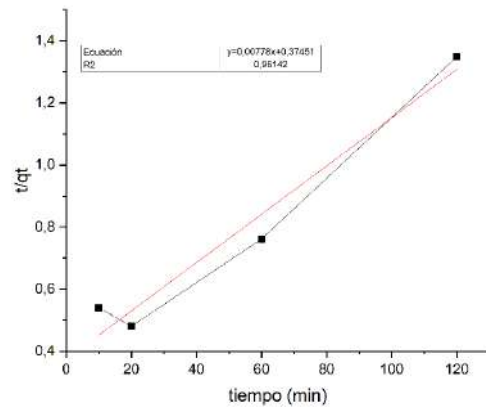
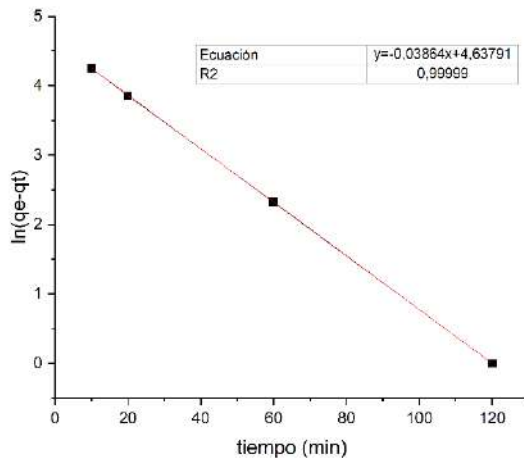
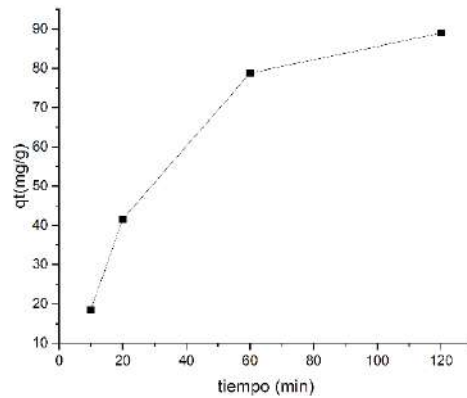
- **A un pH de 7**

En la Gráfica 34-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOG, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de $88,980 \text{ mg/g}$ de colorante con un pH de 7 a los 120 minutos.

Tabla 19-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOG a un pH de 7

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	81,496	18,504	4,255	0,540
20	58,407	41,593	3,858	0,481
60	21,238	78,762	2,324	0,762
120	11,020	88,980	0,000	1,349

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 35-3: a) Cinética de adsorción de ZOG, pH 7 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,03864 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $103,328 \text{ mg/g}$ que es más cercano con el q_e experimental que fue de $88,980 \text{ mg/g}$, lo que sugiere que los datos de adsorción se describen con el modelo de pseudo primer orden; lo cual se confirma con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,99676$)

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 34-3.c), el valor de K_2 fue de $0,00016162 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $128,535 \text{ mg/g}$ y el q_e experimental $88,980 \text{ mg/g}$ tienen valores lejanos por lo que no se ajusta a este modelo. El valor de R^2 ($0,96142$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden no es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

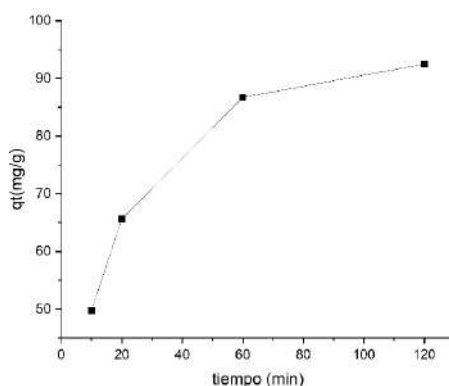
- **A un pH de 9**

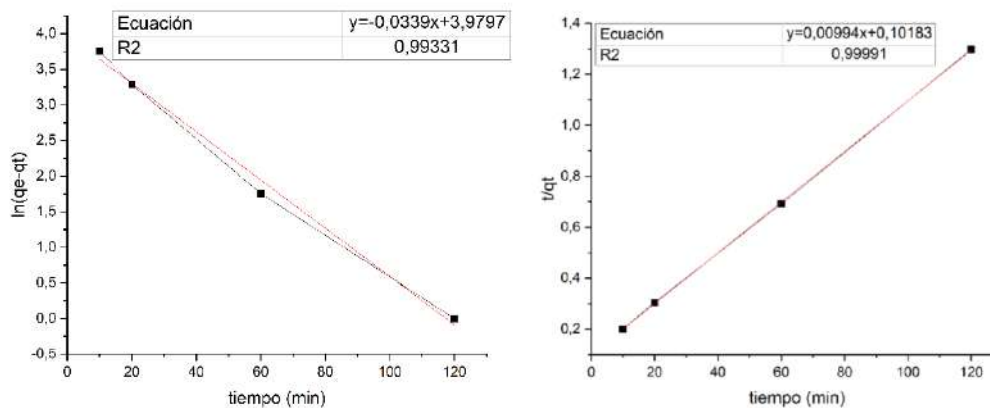
En la Gráfica 35-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOG, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de $92,487 \text{ mg/g}$ de colorante con un pH de 9 a los 120 minutos.

Tabla 20-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOG a un pH de 9

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	50,256	49,744	3,755	0,201
20	34,381	65,619	3,290	0,304
60	13,290	86,710	1,753	0,691
120	7,513	92,487	0,000	1,297

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.





Gráfica 36-3: a) Cinética de adsorción de ZOG, pH 9 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,0339 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $53,50098 \text{ mg/g}$ que no es cercano con el q_e experimental que fue de $92,487 \text{ mg/g}$, lo que sugiere que los datos de adsorción no se describen con el modelo de pseudo primer orden; lo cual se confirma con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,99331$)

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 35-3.c), el valor de K_2 fue de $0,00097028 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $100,6036 \text{ mg/g}$ y el q_e experimental $92,487 \text{ mg/g}$, estos tienen valores cercanos, por lo tanto, se ajustan a este modelo. El valor de R^2 ($0,99991$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

3.3.2.2. ZOGr (Z:1000mg; OGr:5mg/mL)

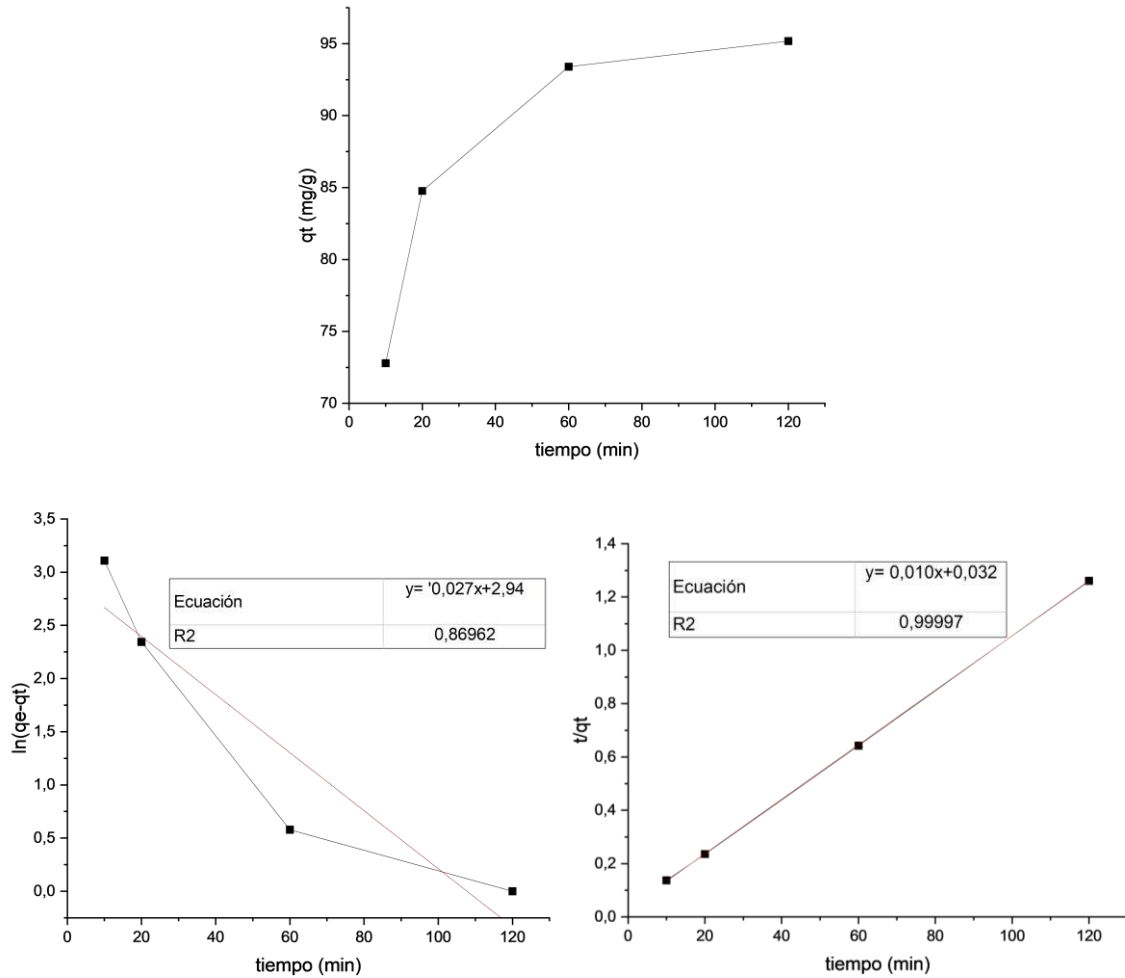
- **A un pH de 5**

En la Gráfica 36-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOGr, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de $95,182 \text{ mg/g}$ de colorante con un pH de 5 a los 120 minutos.

Tabla 21-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr a un pH de 5

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	27,207	72,793	3,106	0,137
20	15,242	84,758	2,344	0,236
60	6,601	93,399	0,578	0,642
120	4,020	95,182	0,000	1,260

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 37-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr, pH 5 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,027 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de 13,4355 mg/g, siendo este diferente del q_e experimental que fue de 92,487

mg/g, lo que sugiere que los datos de adsorción no se describen con el modelo de pseudo primer orden; lo cual se confirma con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,63765$).

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 36-3.c), el valor de K_2 fue de $0,0039314 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $98,81423 \text{ mg/g}$ y el q_e experimental es $96,515 \text{ mg/g}$, estos tienen valores cercanos, por lo tanto, la cinética de adsorción se ajusta a este modelo. El valor de R^2 ($0,99989$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

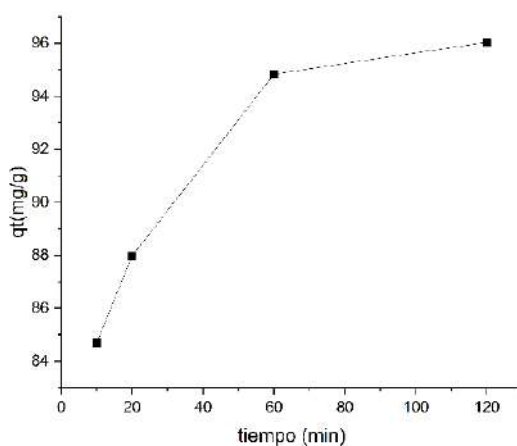
- **A un pH de 7**

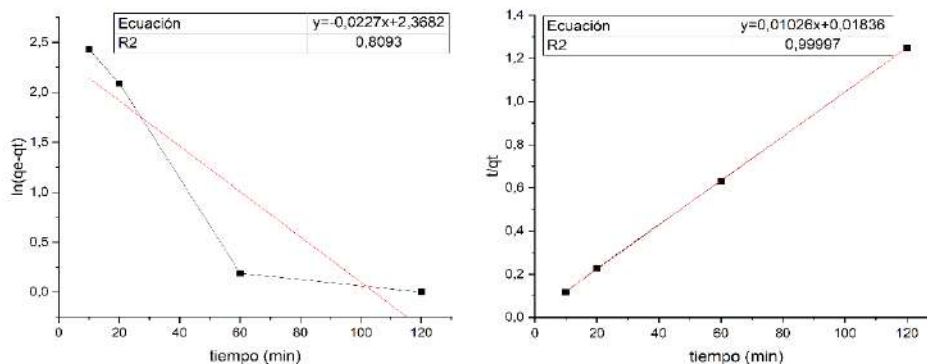
En la Gráfica 37-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOGr, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de $96,043 \text{ mg/g}$ de colorante con un pH de 7 a los 120 minutos.

Tabla 22-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr a un pH de 7

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	21,009	84,694	2,429	0,118
20	7,420	87,975	2,087	0,227
60	4,082	94,835	0,188	0,632
120	3,920	96,043	0,000	1,249

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.





Gráfica 38-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr, pH 7 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,0227 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $10,6781 \text{ mg/g}$ que no es cercano al q_e experimental que fue de $96,043 \text{ mg/g}$, lo que sugiere que los datos de adsorción no se describen con el modelo de pseudo primer orden; lo cual se confirma con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,8093$)

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 37-3.c), el valor de K_2 fue de $0,0057335 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $97,46589 \text{ mg/g}$ y el q_e experimental $96,043 \text{ mg/g}$, estos tienen valores cercanos, por lo tanto, se ajustan a este modelo. El valor de R^2 ($0,99997$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

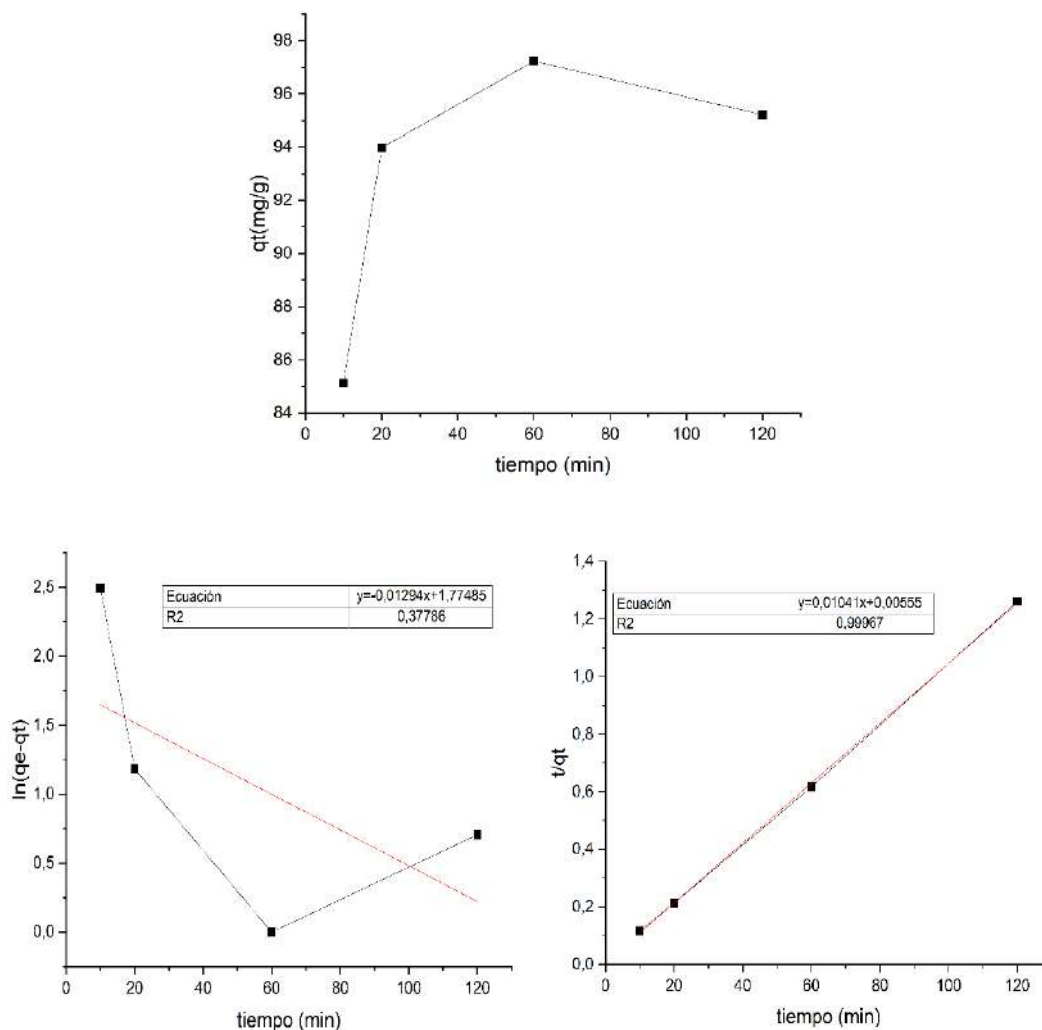
- **A un pH de 9**

En la Gráfica 38-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOGr, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de $97,236 \text{ mg/g}$ de colorante con un pH de 9 al cabo de 60 minutos.

Tabla 23-3: Resultados de tiempo de contacto usando ZOGr a un pH de 9

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	14,862	85,138	2,493	0,117
20	6,028	93,972	1,183	0,212
60	2,764	97,236	0,000	0,617
120	4,791	95,209	0,706	1,260

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 39-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr, pH 9 a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,01294 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $5,89939 \text{ mg/g}$, el cual difiere del q_e experimental que fue de $97,236 \text{ mg/g}$, lo que sugiere que los datos de adsorción no se describen con el modelo de pseudo primer orden; esto se confirma con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,37786$)

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 38-3.c), el valor de K_2 fue de $0,019523 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $96,0615 \text{ mg/g}$ y el q_e experimental $97,236 \text{ mg/g}$, estos tienen valores cercanos, por lo tanto, se ajusta a este modelo. El

valor de R^2 (0,99967) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

Al analizar el efecto del pH para ZOG se evidencia que a valores altos de pH este aumenta su capacidad de adsorción, pudiendo deberse a la presencia de óxido de grafeno, ya que según (Chaparro et al., 2014, pp.1-9) el OG presenta mayor adsorción a pH altos, ya que se favorece la desprotonación de los grupos funcionales del material y aumenta su densidad de carga negativa, favoreciendo las interacciones electrostáticas con el azul de metileno, mientras que para ZOGr se evidencia que tiene una mayor capacidad de adsorción cuando alcanza un pH de 7, esto puede deberse a que la mayor capacidad de adsorción de óxido de grafeno reducido se encuentra entre un rango de 4-8, estando el 7 próximo al pH en el que se alcanza una mayor capacidad de adsorción así como lo menciona Angamarca (2020, p.47), en ambos casos se demuestra que para lograr una máxima adsorción esta depende del pH.

3.3.1. Efecto de la concentración

3.3.1.1. ZOG (Z:1000mg; OG:10mg/mL), azul de metileno a pH 9

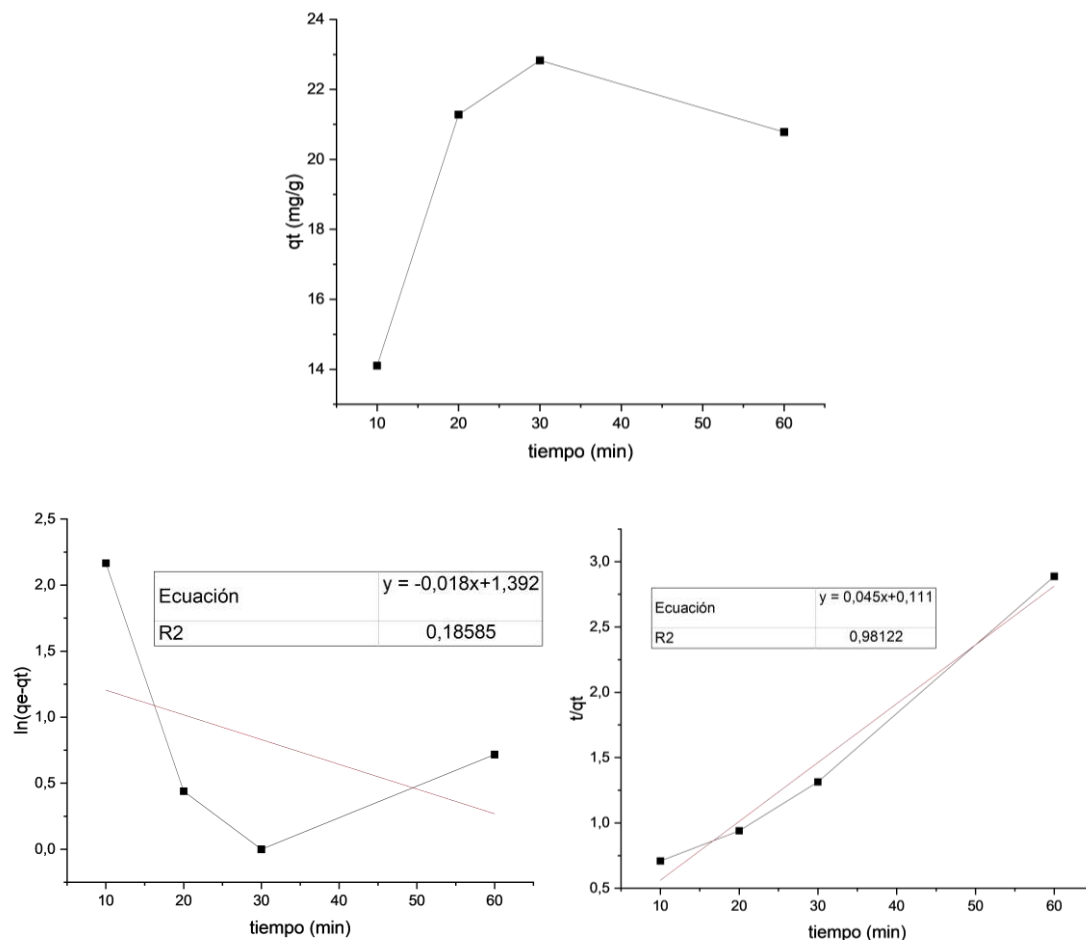
- 25ppm

De acuerdo con la Gráfica 41-3.a de la adsorción de ZOG a 25°C el valor de q_t aumenta con respecto al tiempo y logra una mayor capacidad de adsorción (22,83 mg/g) de colorante a los 60 minutos de tiempo de contacto.

Tabla 24-3: Resultados de adsorción usando ZOG a 25°C

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	10,894	14,106	2,166	0,709
20	3,721	21,279	0,439	0,940
60	2,170	22,830	0,000	1,314
120	4,218	20,782	0,717	2,887

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 40-3: a) Cinética de adsorción de ZOG a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para la cinética de pseudo primer orden (Gráfica 40-3.b), se determinó a partir de la pendiente de la Gráfica que K_1 es igual a $0,018 \text{ min}^{-1}$, con el valor del intercepto se determinó el valor de q_e teórico de 4,022 mg/g que se diferencia significativamente del valor experimental (23,406 mg/g) lo que sugiere que este modelo cinético no es adecuado. Además, el coeficiente de determinación ($R^2 = 0,135$) menor que 1, señala que efectivamente los datos no se correlacionan linealmente en este modelo cinético.

En el modelo cinético de pseudo segundo orden, K_2 fue igual a $0,018 \text{ min}^{-1}$, q_e teórico y experimental fueron de 22,22 mg/g y 23,406 mg/g respectivamente, lo que sugiere que la cinética de pseudo segundo orden describe adecuadamente el proceso. Lo último se corrobora con el coeficiente de determinación ($R^2 = 0,98$) cercano a 1, en contraste con el valor de la ecuación de pseudo primer orden.

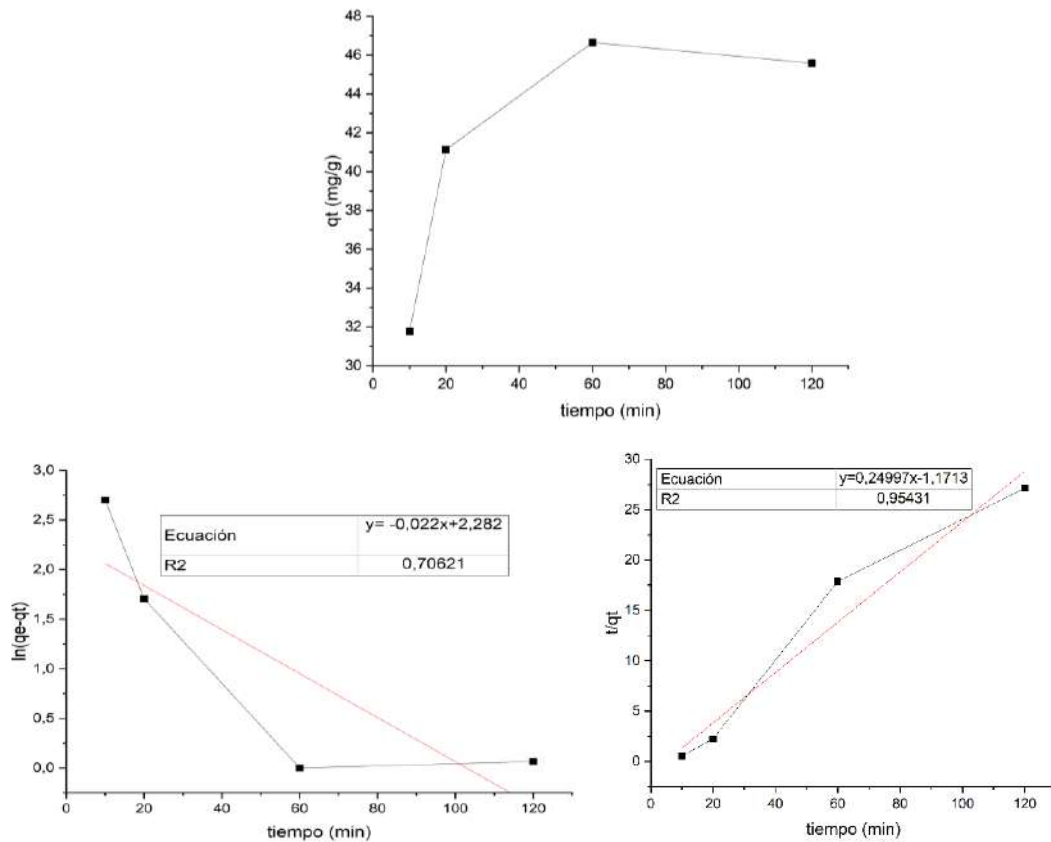
- 50ppm

En la Gráfica 41-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOG, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de 46,644 mg/g de colorante con una concentración inicial de 50 ppm, al cabo de 60 minutos.

Tabla 25-3: Resultados de tiempo de contacto usando AM a 50 ppm

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	18,236	31,764	2,670	0,548
20	8,865	41,135	1,706	2,256
60	3,356	46,644	0,000	17,876
120	4,424	45,576	0,065	27,127

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 41-3: a) Cinética de adsorción de ZOG a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,022 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $1,0222 \text{ mg/g}$, el cual difiere del q_e experimental que fue de $46,644 \text{ mg/g}$, lo que sugiere que los datos de adsorción no se describen con el modelo de pseudo primer orden; esto se corrobora con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,70621$)

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 41-3.c), el valor de K_2 fue de $0,053346 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $4,0005 \text{ mg/g}$ siendo ligeramente más cercano al q_e experimental ($46,644 \text{ mg/g}$), por lo tanto, este modelo se ajusta de mejor manera a la cinética de adsorción. El valor de R^2 ($0,95431$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

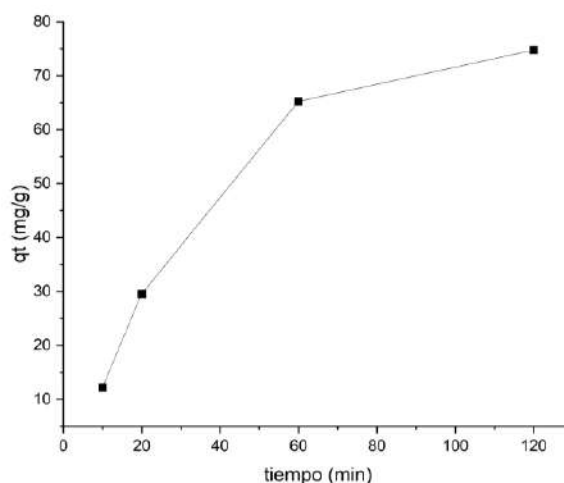
- **75ppm**

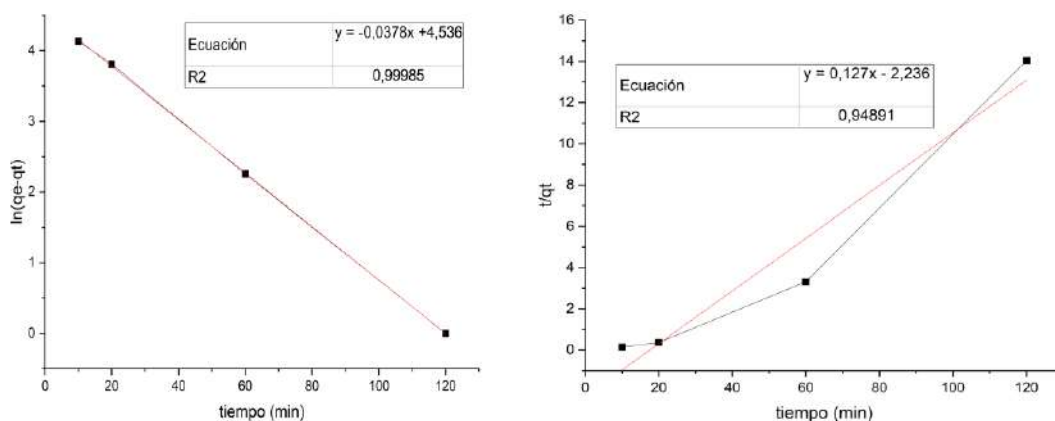
En la Gráfica 42-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOG, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de $74,788 \text{ mg/g}$ de colorante con una concentración inicial de 75 ppm , al cabo de 120 minutos.

Tabla 26-3: Resultados de tiempo de contacto usando AM a 75 ppm

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	71,137	12,196	4,137	0,140
20	53,737	29,597	3,811	0,372
60	18,080	65,253	2,252	3,318
120	8,545	74,788	0,000	14,043

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.





Gráfica 42-3: a) Cinética de adsorción de ZOG a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden.
c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,0378 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $93,31678 \text{ mg/g}$, el cual coincide con el q_e experimental que fue de $74,788 \text{ mg/g}$, lo que sugiere que los datos de adsorción se describen con el modelo de pseudo primer orden; esto se corrobora con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,99985$)

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 42-3.c), el valor de K_2 fue de $0,0072134 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $7,8740 \text{ mg/g}$ siendo más cercano al q_e experimental ($74,788 \text{ mg/g}$), por lo tanto, la cinética de adsorción no se ajusta a este modelo. El valor de R^2 ($0,94891$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden puede ser adecuado para describir el comportamiento del proceso, sin embargo, el modelo de pseudo primer orden tiene un valor mayor en el coeficiente de determinación.

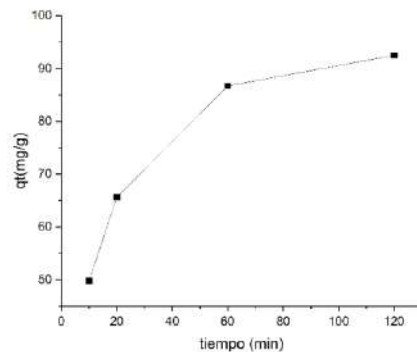
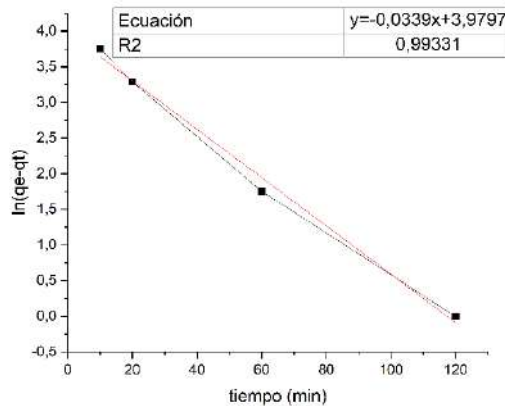
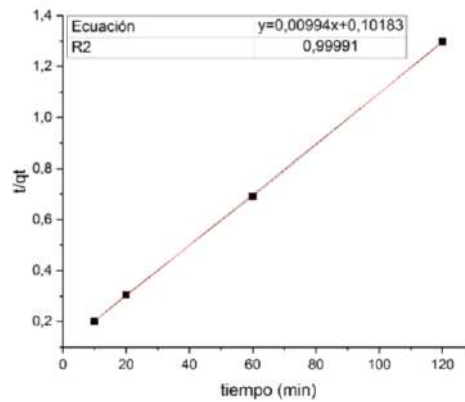
- **100ppm**

En la Gráfica 43-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOG, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de $92,487 \text{ mg/g}$ de colorante con una concentración inicial de 100 ppm al cabo de 120 minutos.

Tabla 27-3: Resultados de tiempo de contacto usando AM a 100 ppm

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	50,256	49,744	3,755	0,201
20	34,381	65,619	3,291	0,305
60	13,290	86,710	1,754	0,692
120	7,513	92,487	0,000	1,297

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 43-3: a) Cinética de adsorción de ZOG a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden.
c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,0339 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $53,50098 \text{ mg/g}$ que no es cercano con el q_e experimental que fue de $92,487 \text{ mg/g}$, lo que sugiere que los datos de adsorción no se describen con el modelo de pseudo primer orden; lo cual se confirma con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,99331$)

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 43-3.c), el valor de K_2 fue de $0,00097 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $100,603 \text{ mg/g}$ y el q_e experimental $92,487 \text{ mg/g}$, estos tienen valores cercanos, por lo tanto, se ajustan a este modelo. El valor de R^2 ($0,99991$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

3.3.1.2. ZOGr (Z:1000mg; OGr:5mg/mL), azul de metileno a pH 7

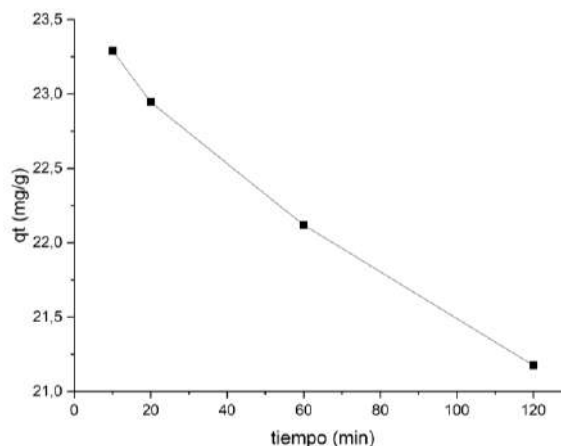
- 25ppm

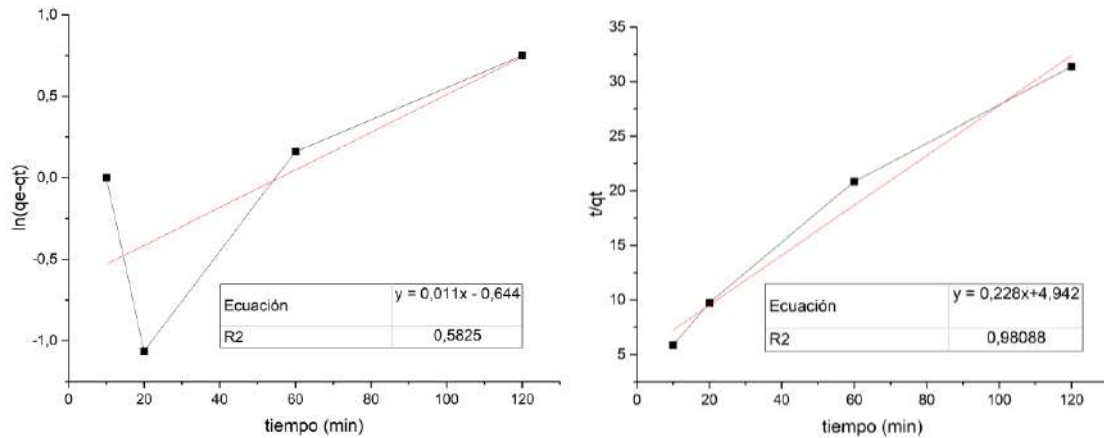
En la Gráfica 44-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOGr, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de $23,291 \text{ mg/g}$ de colorante con una concentración inicial de 25 ppm , al cabo de 10 minutos.

Tabla 28-3: Resultados de tiempo de contacto usando AM a 25ppm

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	1,709	23,291	0,000	5,851
20	2,054	22,946	-1,063	9,735
60	2,881	22,119	0,158	20,823
120	3,824	21,176	0,749	31,380

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.





Gráfica 44-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,011 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $1,9041 \text{ mg/g}$, el cual difiere del q_e experimental que fue de $23,291 \text{ mg/g}$, lo que sugiere que los datos de adsorción no se describen con el modelo de pseudo primer orden; esto se corrobora con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,5825$).

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 44-3.c), el valor de K_2 fue de $0,01052 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $4,38596 \text{ mg/g}$ siendo más cercano al q_e experimental ($23,291 \text{ mg/g}$), por lo tanto, este modelo se ajusta de mejor manera a la cinética de adsorción. El valor de R^2 ($0,98088$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

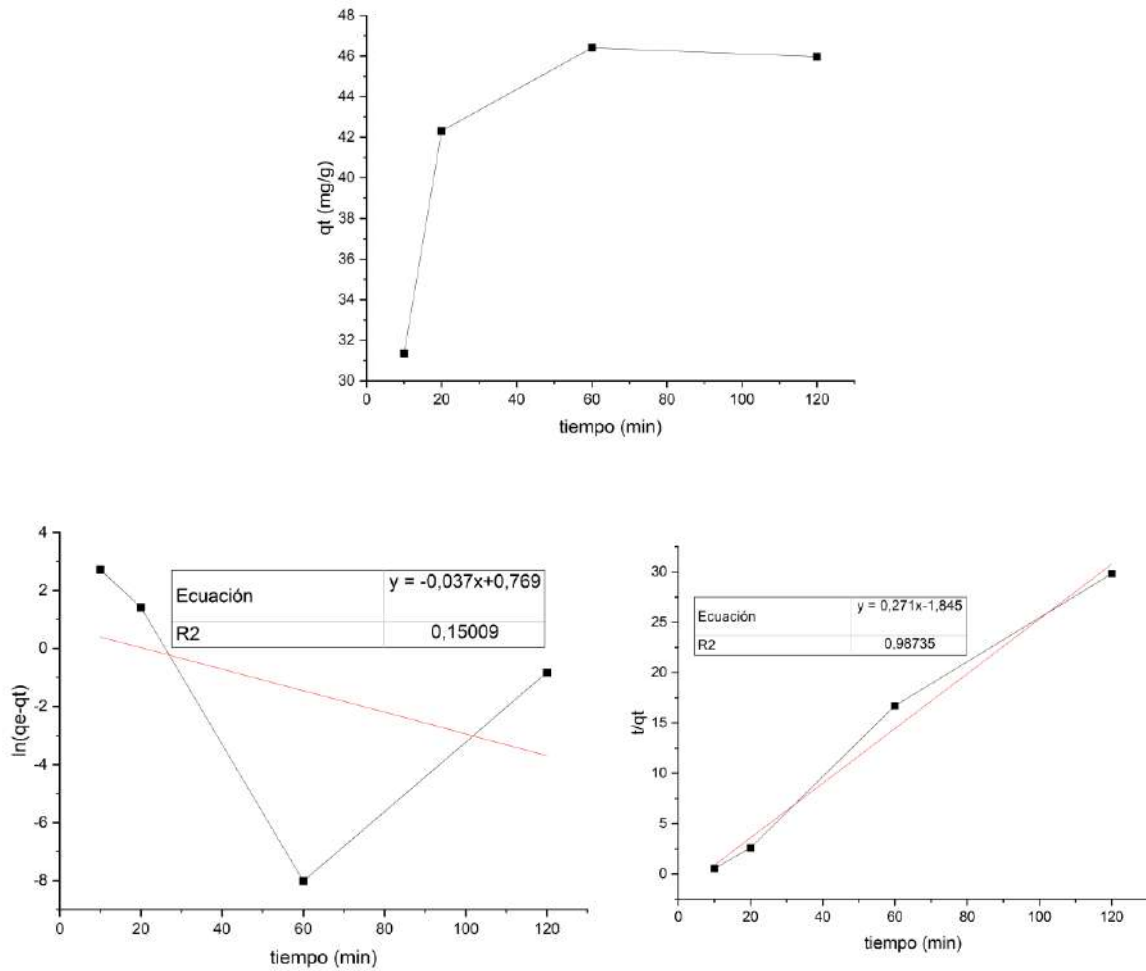
- **50ppm**

En la Gráfica 45-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOGr, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de $46,410 \text{ mg/g}$ de colorante con una concentración inicial de 50 ppm , al cabo de 60 minutos.

Tabla 29-3: Resultados de tiempo de contacto usando AM a 50 ppm

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	18,653	31,347	2,712	0,536
20	7,694	42,306	1,412	2,599
60	3,590	46,410	-8,006	16,711
120	4,025	45,975	-0,832	29,814

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 45-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,037 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de 2,1576 mg/g, el cual difiere del q_e experimental que fue de 46,410 mg/g, lo

que sugiere que los datos de adsorción no se describen con el modelo de pseudo primer orden; esto se corrobora con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,15009$)

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 45-3.c), el valor de K_2 fue de $0,039806 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $3,6900 \text{ mg/g}$ siendo más cercano al q_e experimental ($46,410 \text{ mg/g}$), por lo tanto, este modelo se ajusta de mejor manera a la cinética de adsorción. El valor de R^2 ($0,98735$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

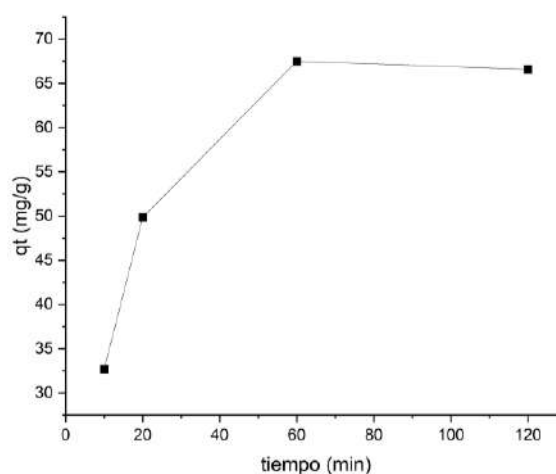
- **75ppm**

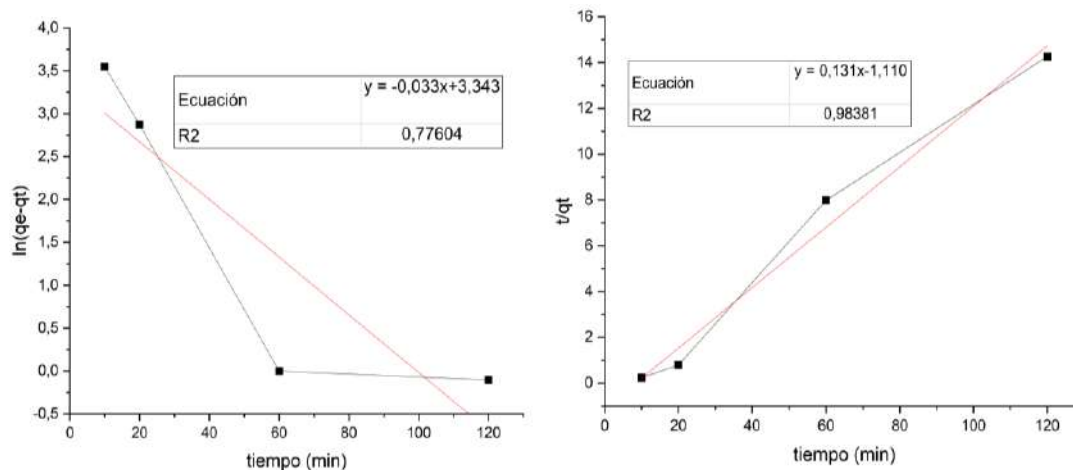
En la Gráfica 46-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOGr, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de $67,486 \text{ mg/g}$ de colorante con una concentración inicial de 75 ppm , al cabo de 60 minutos

Tabla 30-3: Resultados de tiempo de contacto usando AM a 75 ppm

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	42,303	32,697	3,549	0,236
20	25,169	49,831	2,871	0,795
60	7,514	67,486	0,000	7,985
120	8,415	66,585	-0,105	14,261

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.





Gráfica 46-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden.
c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,033 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $28,3039 \text{ mg/g}$, el cual difiere del q_e experimental que fue de $67,486 \text{ mg/g}$, lo que sugiere que los datos de adsorción no se describen con el modelo de pseudo primer orden; esto se corrobora con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,77604$).

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 46-3.c), el valor de K_2 fue de $0,01546 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $7,63359 \text{ mg/g}$ difiriendo del q_e experimental ($67,486 \text{ mg/g}$), por lo tanto, se concluiría que este modelo no se ajusta a la cinética de adsorción, sin embargo si tomamos en cuenta el valor de R^2 ($0,98381$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso, esto en comparación con el modelo de pseudo primer orden.

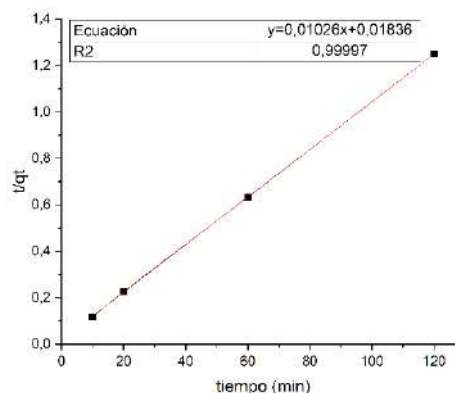
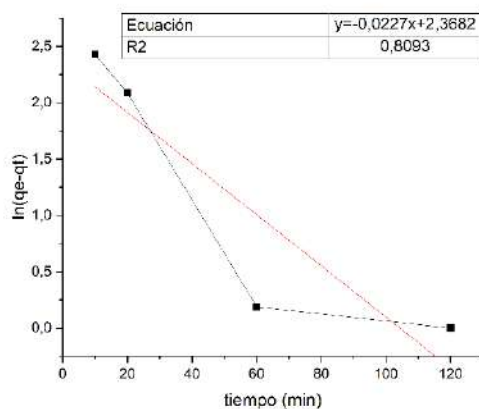
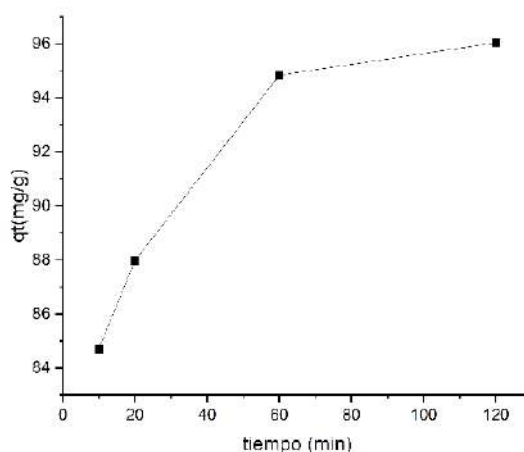
- **100ppm**

En la Gráfica 46-3.a se identificó que usando el nanocompuesto ZOGr, q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de $96,043 \text{ mg/g}$ de colorante con una concentración inicial de 100 ppm al cabo de 120 minutos.

Tabla 31-3: Resultados de tiempo de contacto usando AM a 100 ppm

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	21,009	84,694	2,429	0,119
20	7,420	87,975	2,088	0,227
60	4,082	94,835	0,189	0,633
120	3,920	96,043	0,000	1,249

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 47-3: a) Cinética de adsorción de ZOG a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden.
c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,0227 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $10,6781 \text{ mg/g}$ que no es cercano al q_e experimental que fue de $96,043 \text{ mg/g}$,

lo que sugiere que los datos de adsorción no se describen con el modelo de pseudo primer orden; lo cual se confirma con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,8093$)

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 47-3.c), el valor de K_2 fue de $0,0057335 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $97,46589 \text{ mg/g}$ y el q_e experimental $96,043 \text{ mg/g}$, estos tienen valores cercanos, por lo tanto, se ajustan a este modelo. El valor de R^2 ($0,99997$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

Variando la concentración inicial de AM, a pH 9, a 25°C y usando ZOG, se puede señalar que a menor concentración mejores resultados. Así, a 25 ppm luego 120 minutos se obtuvo una menor concentración final de AM igual a 4,218 ppm. Por otra parte, Lei et al. (2011, p. 88) menciona en su trabajo que, usando OG a pH 7, la velocidad de difusión del colorante hacia el adsorbente aumenta con la concentración inicial del colorante; contrario a lo que sucede con la ZOG, dónde se obtuvo mejores resultados a menor concentración inicial. Así también, usando ZOGr a pH 7 y 25°C , se observó que a menor concentración mejores resultados. Es así como, a 25 ppm luego 120 minutos se obtuvo una menor concentración final de AM igual a 3,824 ppm. En contraste con estos resultados, al usar solo OGr como adsorbente Arias et al. (2020, p.11) señala que a mayor concentración inicial de AM se consigue una mayor capacidad de adsorción.

3.4.1. Efecto de la temperatura

3.4.1.1. ZOG (Z:1000mg; OG:10mg/mL), AM 25 ppm y pH 9

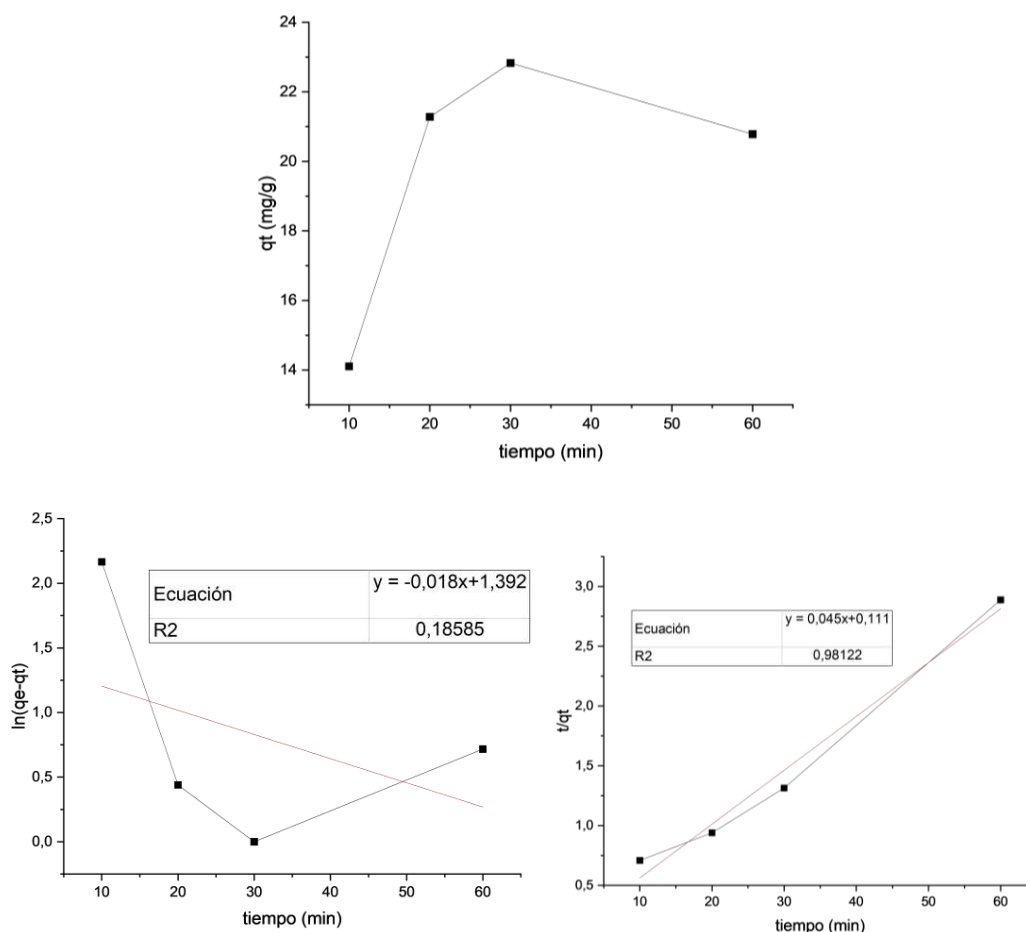
- ***25°C***

De acuerdo con la Gráfica 32-3.a de la adsorción de ZOG a 25°C el valor de q_t aumenta con respecto al tiempo y logra una mayor capacidad de adsorción ($22,83 \text{ mg/g}$) de colorante a los 60 minutos de tiempo de contacto.

Tabla 32-3: Resultados de adsorción usando ZOG a 25°C

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	10,894	14,106	2,166	0,709
20	3,721	21,279	0,439	0,940
60	2,170	22,830	0,000	1,314
120	4,218	20,782	0,717	2,887

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 48-3: a) Cinética de adsorción de ZOG a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para la cinética de pseudo primer orden (Gráfica 48-3.b), se determinó a partir de la pendiente de la Gráfica que K_1 es igual a $0,018 \text{ min}^{-1}$, con el valor del intercepto se determinó el valor de q_e teórico de 4,022 mg/g que se diferencia significativamente del valor experimental (23,406 mg/g) lo que

sugiere que este modelo cinético no es adecuado. Además, el coeficiente de determinación ($R^2=0,135$) menor que 1, señala que efectivamente los datos no se correlacionan linealmente en este modelo cinético.

En el modelo cinético de pseudo segundo orden, K_2 fue igual a $0,018 \text{ min}^{-1}$, q_e teórico y experimental fueron de 22,22 mg/g y 23,406 mg/g respectivamente, lo que sugiere que la cinética de pseudo segundo orden describe adecuadamente el proceso. Lo último se corrobora con el coeficiente de determinación ($R^2 = 0,98$) cercano a 1, en contraste con el valor de la ecuación de pseudo primer orden.

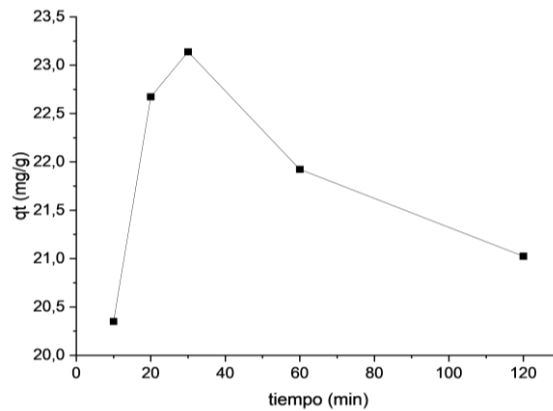
- **40°C**

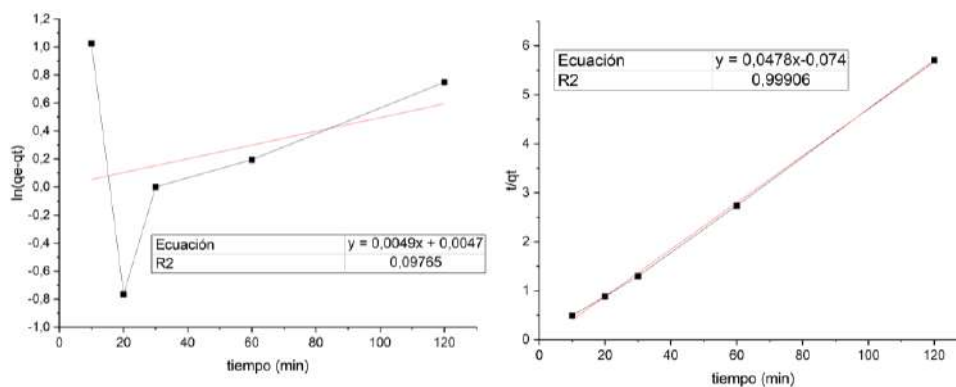
En el estudio cinético de la adsorción de AM con ZOG a 40°C (Gráfica 49-3.a) el valor de q_t aumenta de manera sucesiva con el paso del tiempo, hasta lograr una capacidad de adsorción de 23,138mg/g de AM al llegar a los 30 minutos de tiempo de contacto.

Tabla 33-3: Resultados de adsorción usando ZOG a 40°C

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	4,649	20,351	1,025	0,491
20	2,327	22,673	-0,765	0,882
30	1,862	23,138	0,000	1,296
60	3,077	21,923	0,194	2,736
120	3,975	21,025	0,748	5,707

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.





Gráfica 49-3: a) Cinética de adsorción de ZOG a 40°C. b) Modelo de pseudo primer orden.
c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

En la Gráfica 49-3. b usando la pendiente de la Gráfica se encontró que, K_1 es igual a $0,0049\text{min}^{-1}$, se determinó el q_e teórico y experimental de 1,004 mg/g y 23,138 mg/g respectivamente; pudiendo indicar que el modelo cinético no es adecuado para el proceso. Ya que el valor de $R^2 = 0,097$, se determinó que la cinética de adsorción no es pseudo primer orden.

En el modelo cinético de pseudo segundo orden, K_2 fue igual a $0,0308\text{min}^{-1}$, q_e teórico y experimental fueron de 20,92 mg/g y 23,138 mg/g respectivamente. Finalmente, el coeficiente de determinación ($R^2 = 0,999$) cercano a 1 en contraste con el valor de la ecuación de pseudo primer orden, indica que el comportamiento de los datos corresponde a la cinética pseudo segundo orden.

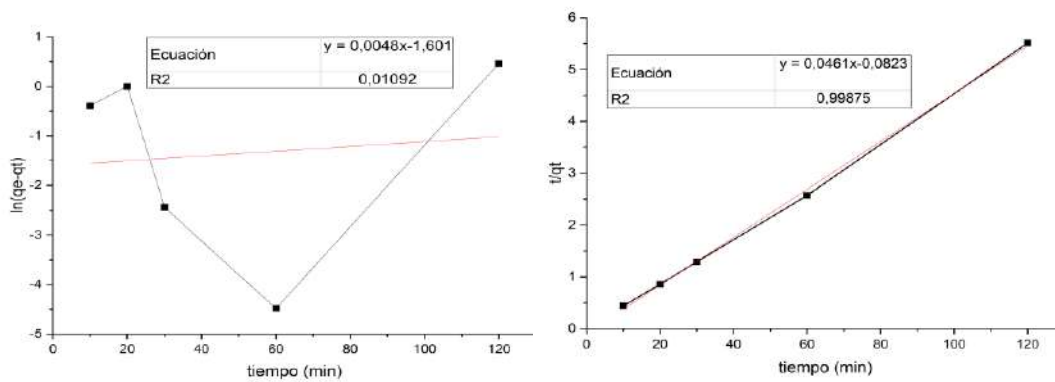
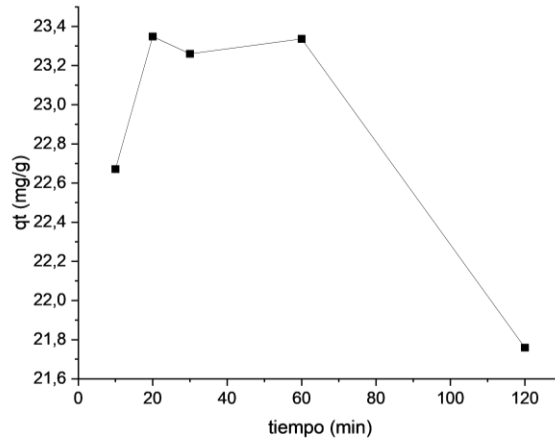
- **60°C**

El valor de q_t aumenta con respecto al tiempo (Gráfica 50-3. b), consiguiendo una capacidad de adsorción de 23,348 mg/g de AM al llegar a los 20 minutos de tiempo de contacto.

Tabla 34-3: Resultados de adsorción de ZOG a 60°C

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	2,328	22,672	-0,391	0,441
20	1,652	23,348	0,000	0,856
30	1,740	23,260	-2,434	1,289
60	1,663	23,337	-4,480	2,571
120	3,241	21,759	0,462	5,514

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 50-3: a) Cinética de adsorción de ZOG a 60°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo cinético de pseudo primer usando la pendiente de la Gráfica se encontró que, K_1 es igual a $0,0048 \text{ min}^{-1}$, con el intercepto se determinó un q_e teórico y experimental de 0,201 mg/g y 23,348 mg/g respectivamente; lo que sugiere que el modelo cinético no es adecuado para el proceso. Con el coeficiente de determinación ($R^2 = 0,0109$) menor a 1, se determinó que la cinética de adsorción no es pseudo primer orden.

En el modelo cinético de pseudo segundo orden, K_2 fue igual a $0,0258 \text{ s}^{-1}$, q_e teórico y experimental fueron de 21,691 mg/g y 23,348 mg/g respectivamente. Con el coeficiente de determinación ($R^2 = 0,998$) cercano a 1, se puede señalar que el comportamiento de los datos se describe adecuadamente con el modelo de pseudo segundo orden.

3.4.1.2. ZOG_r (Z:1000mg; OG:5mg/mL), AM 25 ppm y pH 7

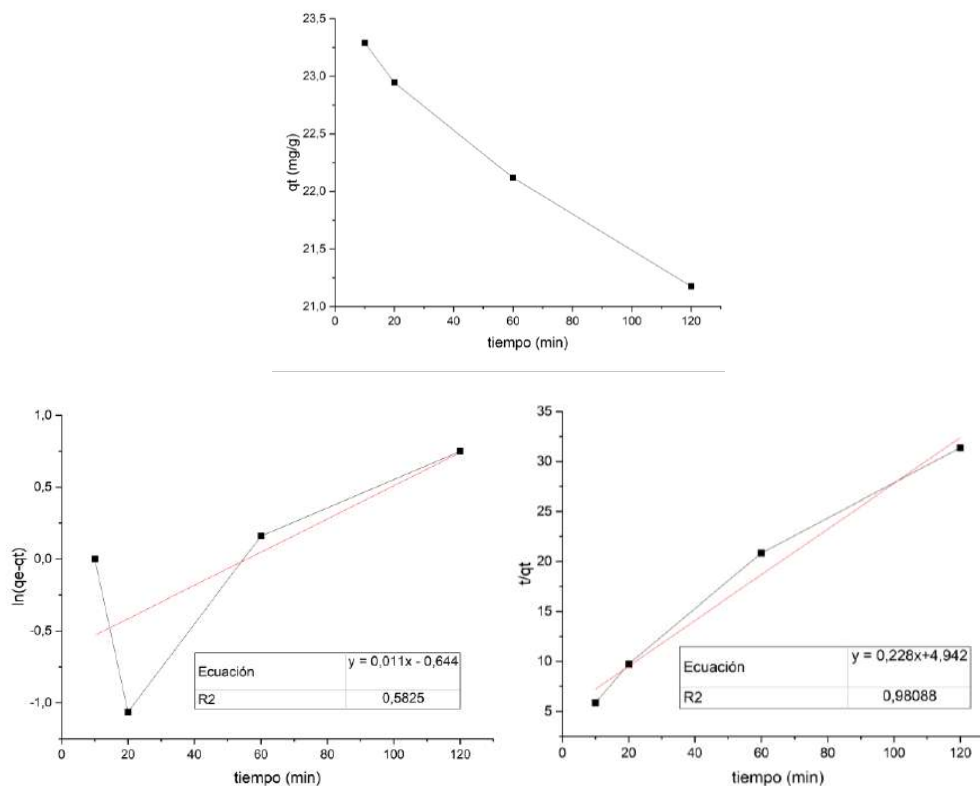
- 25°C

En la Gráfica 51-3.a indica que q_t aumenta con respecto al tiempo de contacto, dando una capacidad máxima de adsorción de 23,291 mg/g de colorante con una concentración inicial de 25 ppm, al cabo de 10 minutos.

Tabla 35-3: Resultados de adsorción usando ZOGr a 25°C

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	1,709	23,291	0,000	5,851
20	2,054	22,946	1,063	9,735
60	2,881	22,119	0,158	20,823
120	3,824	21,176	0,749	31,380

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 51-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr a 25°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el modelo de pseudo primer orden, el coeficiente K_1 obtenido, fue de $0,011 \text{ min}^{-1}$, se obtuvo un valor de q_e teórico de $1,9041 \text{ mg/g}$, el cual difiere del q_e experimental que fue de $23,291 \text{ mg/g}$, lo que sugiere que los datos de adsorción no se describen con el modelo de pseudo primer orden; esto se corrobora con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,5825$)

En los datos de la cinética de adsorción ajustados al modelo de pseudo segundo orden (Gráfica 51-3.c), el valor de K_2 fue de $0,01052 \text{ min}^{-1}$, el q_e teórico tiene un valor de $4,38596 \text{ mg/g}$ siendo más cercano al q_e experimental ($23,291 \text{ mg/g}$), por lo tanto, este modelo se ajusta de mejor manera a la cinética de adsorción. El valor de R^2 ($0,9808$) sugiere que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir el comportamiento del proceso.

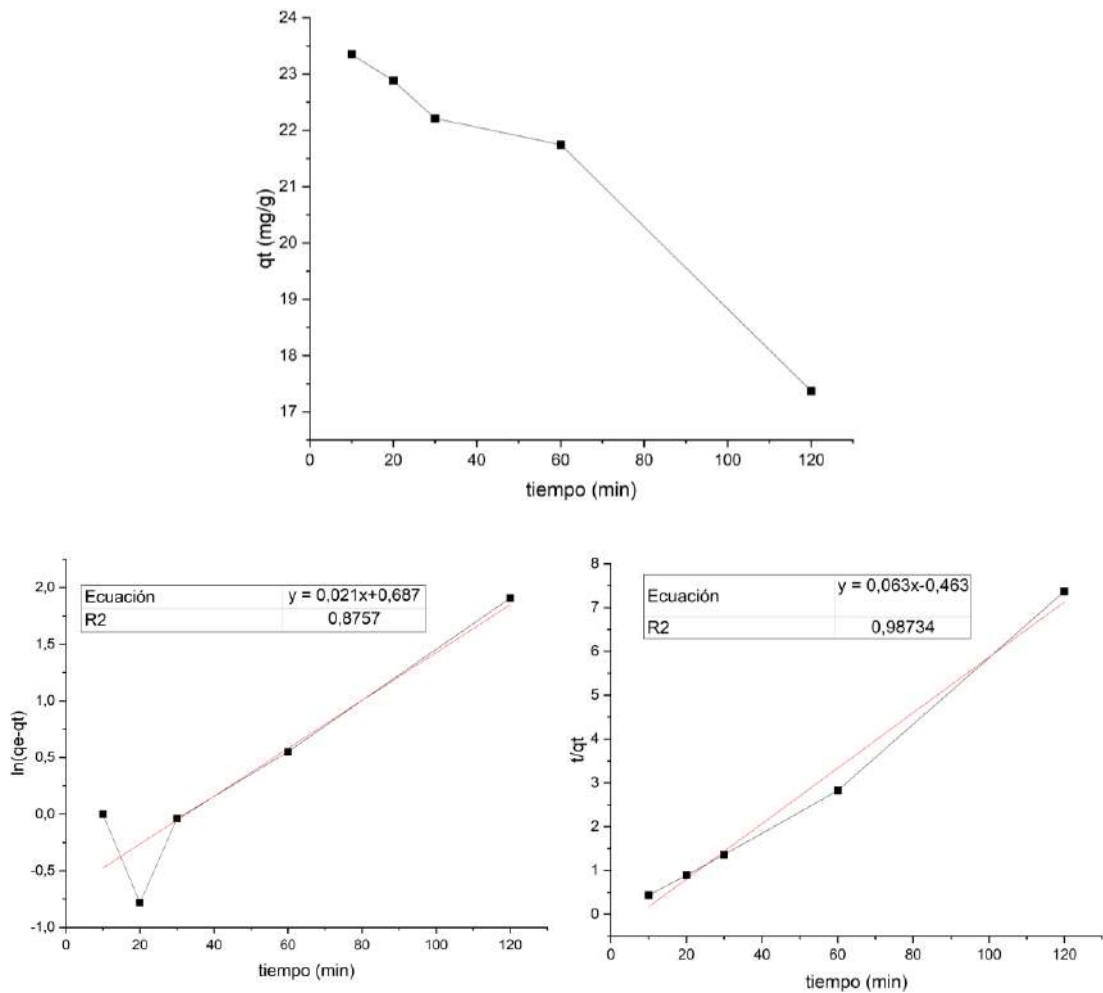
- **40°C**

Según indica la Gráfica 52-3.a, q_t disminuye a medida que aumenta el tiempo de contacto. Así, luego de 10 minutos, cuándo se alcanza una capacidad de adsorción de $23,011 \text{ mg/g}$ de colorante (Tabla 36-3), la concentración comienza a aumentar.

Tabla 36-3: Resultados de adsorción de ZOGr a 40°C

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	1,989	23,011	0,000	0,435
20	2,446	22,554	-0,783	0,887
30	2,950	22,050	-0,039	1,361
60	3,725	21,275	0,552	2,820
120	8,723	16,277	1,907	7,372

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.



Gráfica 52-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr a 40°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Considerando los datos de adsorción, se realizó el ajuste lineal del modelo cinético de pseudo primer orden (Gráfica 52-3.a); encontrando que K_1 es igual a $0,021 \text{ min}^{-1}$, q_e teórico y experimental son 1,987 y 23,011 mg/g respectivamente los cuáles se diferencian significativamente. Así, con el coeficiente de determinación ($R^2=0,875$), lo que indica que los datos en este modelo no se correlacionan.

Para el modelo cinético de pseudo segundo orden (Gráfica 52-3.c), K_2 es igual a $0,0085 \text{ min}^{-1}$, posee un q_e teórico y experimental similares, de 15,873 y 23,011 mg/g respectivamente. Con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,987$), más cercano a 1, se puede señalar que el modelo de pseudo segundo orden es adecuado para describir este proceso.

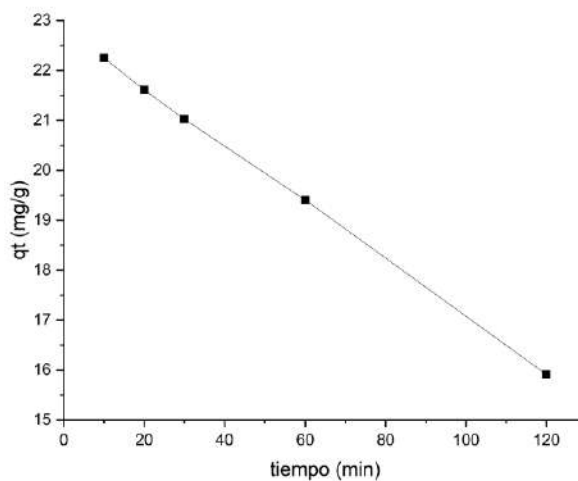
- 60°C

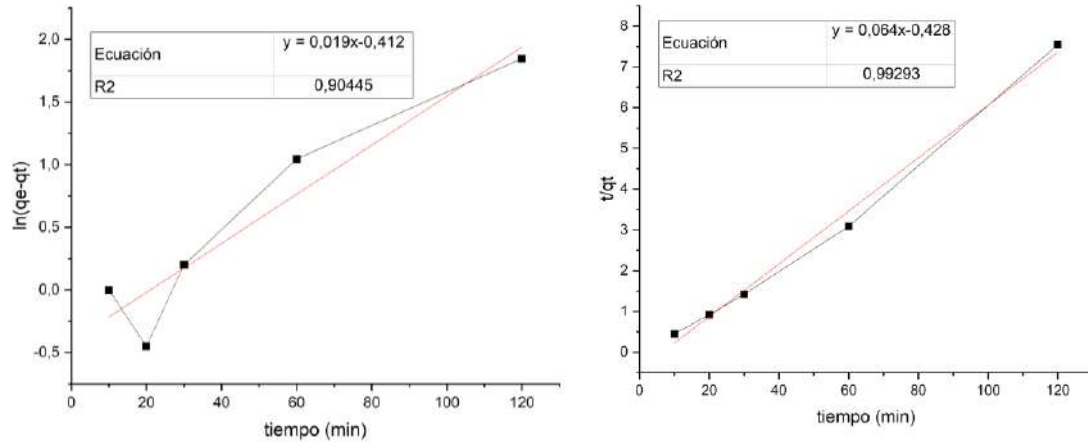
Para el estudio de q_t en función del tiempo a 60°C la Gráfica 53-3.a señala que esta alcanza una mayor capacidad de adsorción (22,249mg/g) a los 10 minutos de tiempo de contacto, luego de lo cual empieza a descender progresivamente.

Tabla 37-3: Resultados de adsorción de ZOGr a 60°C

Tiempo (min)	Concentración en t (mg/L)	Qt (mg/g)	Ln (qe-qt)	t/qt
10	2,751	22,249	0,000	0,449
20	3,389	21,611	-0,450	0,925
30	3,973	21,027	0,200	1,427
60	5,595	19,405	1,045	3,092
120	9,087	15,913	1,846	7,541

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.





Gráfica 53-3: a) Cinética de adsorción de ZOGr a 60°C. b) Modelo de pseudo primer orden. c) Modelo de pseudo segundo orden.

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

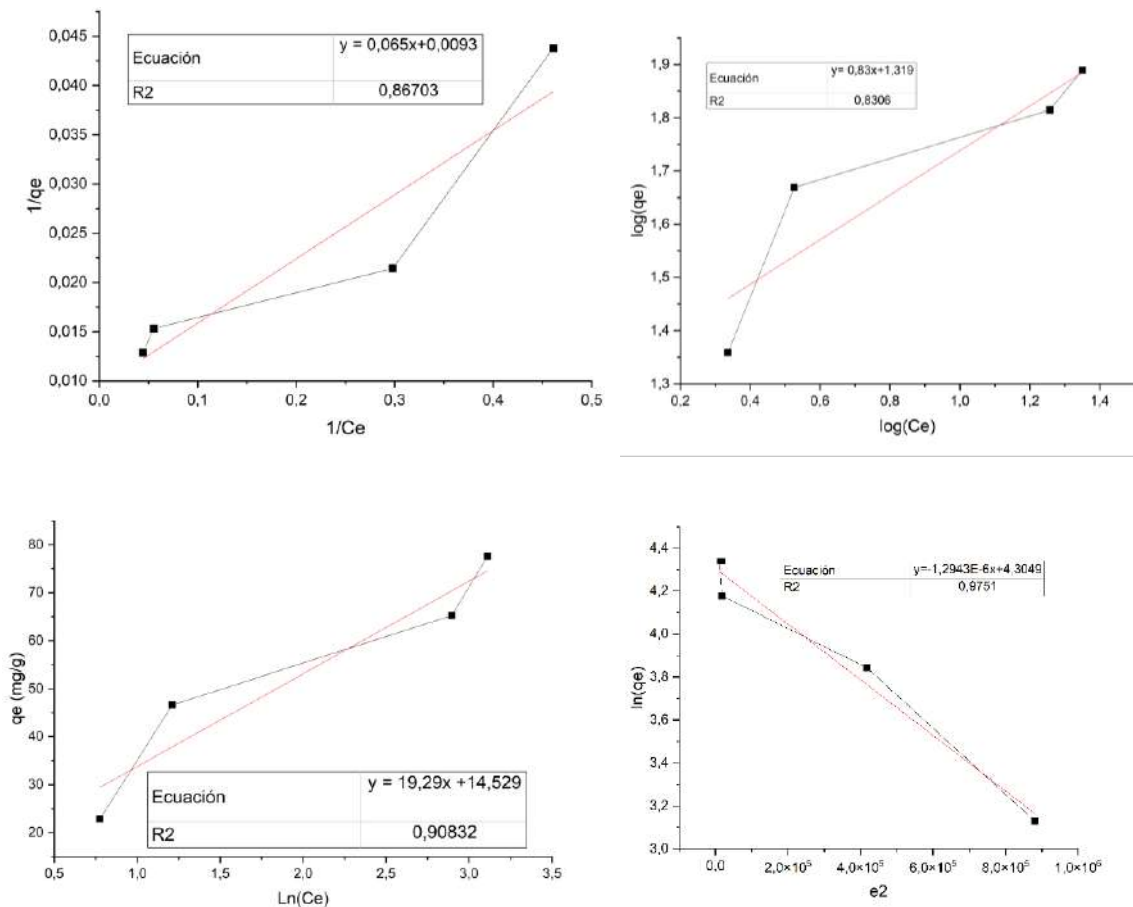
Se usó los datos de adsorción de la tabla 37-3, para linealizar los datos al modelo cinético de pseudo primer orden, con el dato de la pendiente (Gráfica 53-3.b) se determinó el valor de los parámetros cinéticos K_1 ($0,019 \text{ min}^{-1}$), así como q_e teórico y experimental los cuales tuvieron una notable diferencia y corresponden a 1,987 y 22,249 mg/g respectivamente. Teniendo un valor de $R^2 = 0,904$, sugiriendo que los datos no se correlacionan en este modelo cinético.

Por otro lado, para la cinética de pseudo segundo orden (Gráfica 53-3.c), la constante K_2 tuvo un valor de $0,0095 \text{ min}^{-1}$, y q_e teórico y experimental de 15,625 y 22,249 mg/g respectivamente. Considerando que el coeficiente de determinación fue más cercano a 1 en este modelo ($R^2 = 0,992$) se puede indicar que este modelo es el más adecuado para describir el comportamiento de la cinética de adsorción.

Una vez analizados los resultados de adsorción, variando la temperatura de trabajo de una solución de AM a 25 ppm y pH 9, se puede indicar que usando ZOG a mayor temperatura (60°C) se nota que la cantidad adsorbida de AM es ligeramente mayor, así, a los 120 minutos se obtuvo una concentración de 3,241 ppm. No obstante, cuando se usa OGr Angamarca (2020, p.42) señala que se obtienen concentraciones más bajas a temperaturas menores (25°C). Usando ZOGr para la adsorción de una solución de AM a 25 °C y pH 7; se observó que a menor temperatura se consigue una concentración final de AM más baja (3,824 ppm). De manera similar al usar solo OGr como adsorbente, Angamarca (2020, p.42) exhibe que se obtienen mejores resultados a los 25°C.

3.5. Isotermas de adsorción

3.5.1. Isotermas de adsorción de AM con ZOG a 25°C



Gráfica 54-3: Isotermas de adsorción a 60 min. a) Modelo de Langmuir. b) Modelo de Freundlich c) Modelo de Temkin d) Modelo de Dubinin-Radushkevich.

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para el proceso de adsorción de AM con ZOG a 25°C, los datos del experimento se ajustan linealmente, de manera más adecuada, al modelo de Dubinin-Radushkevich; esto se corrobora ya que el coeficiente de determinación ($R^2 = 0,9751$) en este caso, es el más cercano a 1; esto en comparación con los otros modelos estudiados.

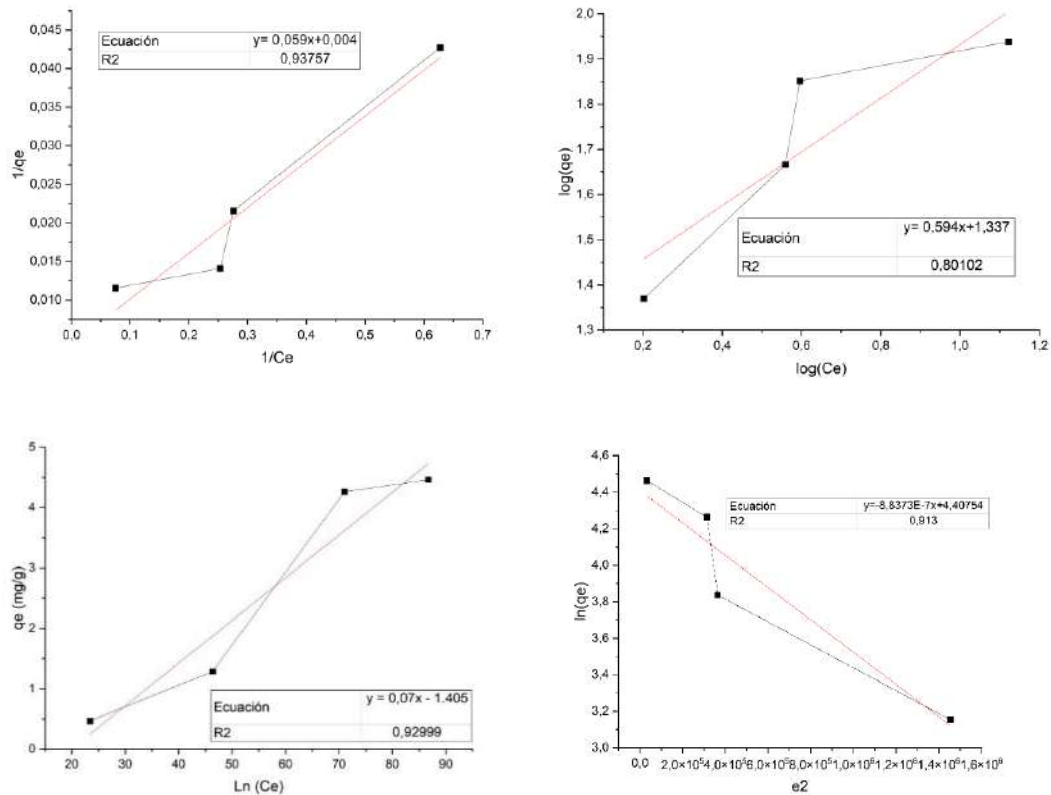
Tabla 38-3: Parámetros de adsorción con ZOG a 25°C

Isoterma de Langmuir		Isoterma de Freundlich		Isoterma de Temkin		Isoterma de Dubinin-Radushkevich		
K_L (L/mg)	R_L	K_F ((mg/g) $(1/mg)^{1/n}$)	$1/n$	b_T	K_L^T	β ($\frac{mol^2}{K^2 J^2}$)	q_m	E ($\frac{kJ}{mol}$)
0.143	0.241	22.961	0.83	19,29	2,124	-1,2943E-6	74,062	621,538

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

Para la isoterma de Dubinin-Radushkevich, se encontro los parametros de linealización (Tabla 38-3); en dónde β corresponde a la constante relacionada con la energía de adsorción, con un valor de -1,2943E-6, q_m (74,062 mg/g) es la capacidad de adsorción máxima medida en mg de adsorbato por gramo de adsorbente. Finalmente, la energía usada para el proceso de adsorción (E) tiene un valor de 621kJ/mol.

3.5.2. Isotermas de adsorción de AM con ZOG a 40°C



Gráfica 55-3: Isotermas de adsorción a 60 min. a) Modelo de Langmuir. b) Modelo de Freundlich c) Modelo de Temkin. d) Modelo de Dubinin-Radushkevich.

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

En la Gráfica 55-3.c se puede observar que los datos experimentales de adsorción siguen una tendencia lineal en el modelo de Temkin, esto concuerda con el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0,92999$) el cuál tiene un valor más cercano a 1, con respecto a los otros modelos.

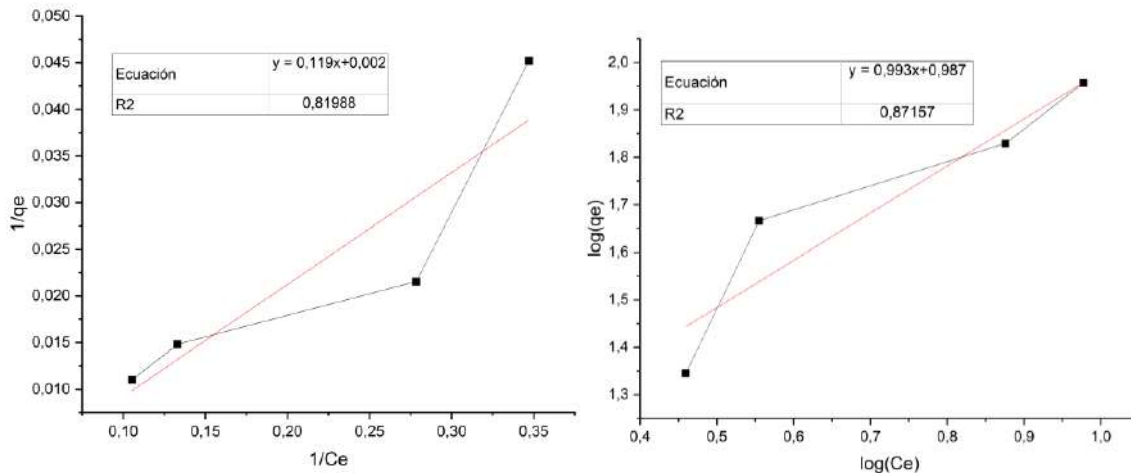
Tabla 39-3: Parámetros de adsorción con ZOG a 40°C

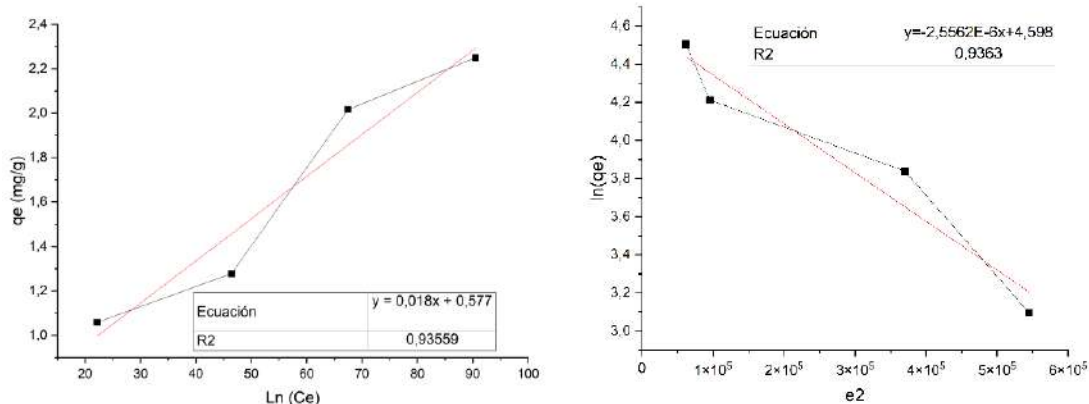
Isoterma de Langmuir		Isoterma de Freundlich		Isoterma de Temkin		Isoterma de Dubinin-Radushkevich		
K_L (L/mg)	R_L	K_F ((mg/g) $(1/mg)^{1/n}$)	1/n	B_T	K_L^T	β ($\frac{mol^2}{K^2J^2}$)	q_m	E ($\frac{kJ}{mol}$)
0.067	0.529	21.727	0.594	0,07	5,2109E8	8,837E-7	82,067	752,199

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

En la tabla 39-3 se encuentran los resultados de los parametros de linealización, dónde se puede destacar la constante del modelo de Temkin, el cual al ser un valor alto señala la buena afinidad entre el azul de metileno y ZOGr.

3.5.3. Isotermas de adsorción de AM con ZOGr a 25°C





Gráfica 56-3: Isotermas de adsorción a 60 min. a) Modelo de Langmuir. b) Modelo de Freundlich. c) Modelo de Temkin. d) Modelo de Dubinin-Radushkevich.

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

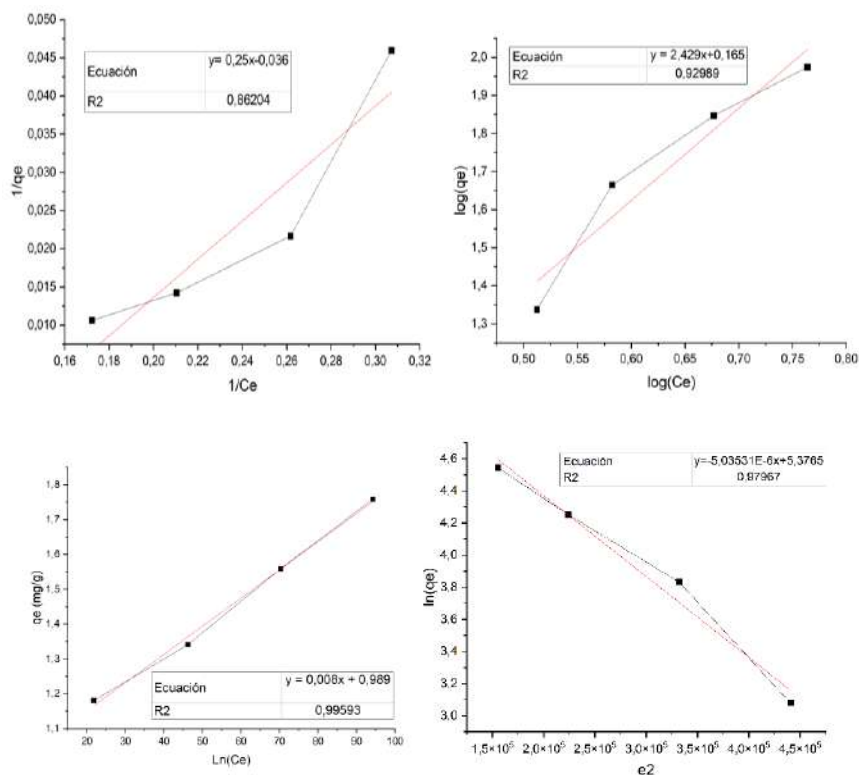
El proceso de adsorción para ZOGr a 25°C, se describe adecuadamente con la isoterma de Dubinin-Radushkevich, ya que en este caso el coeficiente de determinación es el más cercano a 1 (0,936). Por otra parte, como se observa en la Tabla 40-3, para este modelo la constante de energía de adsorción (B) es igual a 2.556E-6 y finalmente se destaca que alcanza una capacidad de adsorción máxima de 99.28mg/g.

Tabla 40-3: Parámetros de adsorción con ZOGr a 25°C

Isoterma de Langmuir		Isoterma de Freundlich		Isoterma de Temkin		Isoterma de Dubinin-Radushkevich		
K_L (L/mg)	R_L	K_F ((mg/g) $(1/mg)^{1/n}$)	1/n	B_t (J/mol)	k_L^T (L/Mg)	B (mol^2/kJ^2)	q_m (mg/g)	E (KJ/mol)
0.016	0.868	9.705	0.993	0,018	5.65E13	2.556E-6	99.28	442.287

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.5.4. Isotermas de adsorción de AM con ZOGr a 40°C



Gráfica 57-3: Isotermas de adsorción 60 min. b) Modelo de Langmuir. c) Modelo de Freundlich. c) Modelo de Freundlich. d) Modelo de Dubinin-Radushkevich.

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

De acuerdo con la Gráfica 57-3.c, la isoterma de Temkin es la más apropiada para describir el proceso de adsorción de ZOGr a 40°C ya que para este caso los datos siguen una tendencia lineal y poseen un coeficiente de determinación más cercano a 1 ($R^2 = 0,995$). De acuerdo con la tabla 41-38 la constante de equilibrio de Temkin (k_L^T) es igual a $4.893E53$ L/mg al ser un valor alto señala la buena afinidad entre el azul de metileno y ZOGr.

Tabla 41-3: Parámetros de adsorción con ZOGr a 40°C

Isoterma de Langmuir		Isoterma de Freundlich		Isoterma de Temkin		Isoterma de Dubinin-Radushkevich		
K_L (L/mg)	R_L	K_F ((mg/g) $(1/mg)^{1/n}$)	1/n	B_t (J/mol)	k_L^T (L /Mg)	B (mol^2 / kJ^2)	Q_m (mg/g)	E (KJ/mol)
0.144	0.544	1.462	2.429	0.008	4.893E53	5.035E -6	216.15	315.126

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.6. Análisis estadístico

3.6.1. Análisis de Varianza del efecto del tiempo de contacto usando ZOG

Para el análisis de varianza tomando en cuenta el efecto del tiempo de contacto se compara 7 diferentes tiempos de contacto, con 3 réplicas cada tiempo; así como se observa en la Tabla 42-3.

Tabla 42-3: ANOVA para el tiempo de contacto con ZOG

Fuente de variación	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	3966,817	6	661,136	943,483	<0,001
Dentro de grupos	9,810	14	0,701		
Total	3976,627	20			

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

El análisis de varianza tiene un valor de significancia menor a 0,05, lo cual indica que se rechaza la hipótesis nula y se concluye que existe desigualdad entre las medias, es decir que la concentración del azul de metileno varía a medida que pasa el tiempo.

- **Normalidad del ANOVA**

Según el test de normalidad que se indica en la Tabla 43-3. el valor de la significancia (0,051) al ser mayor que 0,05 se acepta la hipótesis nula, es decir que los datos siguen una distribución normal, cumpliendo el primer supuesto de la ANOVA.

Tabla 43-3: Prueba de normalidad para el ANOVA

Prueba de Shapiro-Wilk		
Estadístico	Grados de libertad (gl)	Significancia
0,908	21	0,051

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Homocedasticidad de los residuos**

En la prueba de homogeneidad el valor de significancia es 0,437 (Tabla 44-3), este dato indica que la hipótesis nula (H_0) se acepta, es decir el test no encuentra diferencias significativas entre las varianzas de los grupos y se cumple el segundo supuesto del ANOVA.

Tabla 44-3: Prueba de Homocedasticidad para el ANOVA

	Estadístico de Levene	gl 1	gl 2	Significancia
En base a la media	1,011	3	8	0,437

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.6.2. *Análisis de Varianza del efecto del tiempo de contacto usando ZOGr*

Con la intención de comparar 7 diferentes tiempos de contacto con respecto a la concentración de AM, se realizaron 3 réplicas para cada tiempo. En el análisis de varianza (ANOVA) de la tabla 45-3, se aprecia que la significancia es $<0,001$ y por tanto menor que la significancia $\alpha = 0,05$, con lo que se rechaza la hipótesis nula y se acepta que para los diferentes tiempos de contacto las medias de concentración de AM son estadísticamente diferentes.

Tabla 45-3: ANOVA para el tiempo de contacto con ZOGr

Fuente de variación	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	6384,48	6	1064,080	36,656	$<0,001$
Dentro de grupos	406,408	14	29,029		
Total	6790,888	20			

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Normalidad del ANOVA**

De acuerdo con la prueba de Shapiro Wilk para muestras con menos de 50 observaciones (Tabla 46-3), el valor de significancia es mayor que 0,05. Por lo que, no se rechaza la hipótesis nula que señala que los datos se distribuyen de manera normal, cumpliendo así con el primer supuesto de la ANOVA.

Tabla 46-3: Prueba de normalidad para el ANOVA

Prueba de Shapiro-Wilk		
Estadístico	Grados de libertad (gl)	Significancia
0,931	21	0,147

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Homocedasticidad de los residuos**

Para el análisis de la homogeneidad de las varianzas, se realizó la prueba de Levene (Tabla 47-3). Como se observa el valor de la significancia basado en la media es mayor 0,05 por lo cual, no se rechaza la hipótesis nula que indica que la varianza de los residuos de los tratamientos es la misma, y se cumple con el segundo supuesto del ANOVA

Tabla 47-3: Prueba de homocedasticidad para el ANOVA

	Estadístico de Leven	gl 1	gl 2	Significancia
Basado en la media	1,420	6	14	0,275

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.6.3. *Análisis de varianza para el efecto de la pH usando ZOG*

En el análisis de varianza para evidenciar el efecto del pH, se toman en cuenta 3 niveles 5, 7 y 9, obteniendo los valores obtenidos en la tabla 58-3, esto usando como nanocompuesto ZOG.

Tabla 48-3: ANOVA para el efecto del pH con ZOG

Fuente de variación	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	20,814	2	10,407	15,996	<0,004
Dentro de grupos	3,904	6	0,651		
Total	24,718	8			

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

El análisis de varianza tiene un valor de significancia menor a 0,05, lo cual indica que se rechaza la hipótesis nula y se concluye que existe desigualdad entre las medias, es decir que la concentración final de azul de metileno al cabo de 120 minutos se ve influenciada por el pH al usar como nanocompuesto ZOG.

- **Normalidad del ANOVA**

Según el test de normalidad que se indica en la Tabla 49-3, el valor de la significancia al ser mayor que 0,05 se acepta la hipótesis nula, es decir que los datos siguen una distribución normal, cumpliendo el primer supuesto de la ANOVA.

Tabla 49-3: Prueba de normalidad para el ANOVA

Prueba de Shapiro-Wilk		
Estadístico	Grados de libertad (gl)	Significancia
0,924	9	0,427

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Homocedasticidad de los residuos**

En la prueba de homogeneidad el valor de significancia es 0,137 (Tabla 50.3), este dato indica que la hipótesis nula (Ho) se acepta, es decir el test no encuentra diferencias significativas entre las varianzas de los grupos y se cumple el segundo supuesto del ANOVA.

Tabla 50-3: Prueba de Homocedasticidad para el ANOVA

	Estadístico de Levene	gl 1	gl 2	Significancia
En base a la media	2,823	2	6	0,137

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.6.4. *Análisis de varianza para el efecto del pH usando ZOGr*

En el análisis de varianza para evidenciar el efecto del pH, se toman en cuenta 3 niveles 5, 7 y 9, obteniendo los valores obtenidos en la tabla 51-3, usando como nanocompuesto ZOGr.

Tabla 51-3: ANOVA para el efecto del pH con ZOGr

Fuente de variación	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	1,361	2	0,680	39,954	<0,001
Dentro de grupos	0,102	6	0,017		
Total	1,463	8			

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022

El análisis de varianza tiene un valor de significancia menor a 0,05, lo cual indica que se rechaza la hipótesis nula y se concluye que existe desigualdad entre las medias, es decir que la concentración final de azul de metileno al cabo de 120 minutos se ve influenciada por el pH al usar como nanocompuesto ZOGr.

- **Normalidad del ANOVA**

Según el test de normalidad que se indica en la Tabla 52-3, el valor de la significancia es menor que 0,05 por lo tanto se rechazaría la hipótesis nula que indica la existencia de normalidad, sin embargo, si tomamos un nivel de significancia del 1% se aceptaría la hipótesis nula, concluyendo que los datos siguen una distribución normal, cumpliendo el primer supuesto de la ANOVA.

Tabla 52-3: Prueba de normalidad para el ANOVA

Prueba de Shapiro-Wilk		
Estadístico	Grados de libertad (gl)	Significancia
0,798	9	0,020

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Homocedasticidad de los residuos**

En la prueba de homogeneidad el valor de significancia es 0,059 (Tabla 53-3), este dato indica que la hipótesis nula (H_0) se acepta, es decir el test no encuentra diferencias significativas entre las varianzas de los grupos y se cumple el segundo supuesto del ANOVA.

Tabla 53-3: Prueba de Homocedasticidad para el ANOVA

	Estadístico de Levene	gl 1	gl 2	Significancia
En base a la media	4,710	2	6	0,059

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.6.5. Análisis de varianza para el efecto de la concentración usando ZOG

Para el análisis de varianza se toman en cuenta 4 niveles de concentración 25, 50, 75 y 100 ppm, obteniendo los datos de ANOVA que se observan en la tabla 54-3.

Tabla 54-3: ANOVA para el efecto de la concentración con ZOG

Fuente de variación	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	37,901	3	12,634	16,831	<0,001
Dentro de grupos	6,005	8	0,751		
Total	43,906	11			

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022

El análisis de varianza tiene un valor de significancia menor a 0,05, lo cual indica que se rechaza la hipótesis nula y se concluye que existe desigualdad entre las medias, es decir que la concentración final al cabo de 120 minutos se ve influenciada por la concentración inicial del azul de metileno.

- **Normalidad del ANOVA**

Según el test de normalidad que se indica en la Tabla 55-3. el valor de la significancia (0,088) al ser mayor que 0,05 se acepta la hipótesis nula, es decir que los datos siguen una distribución normal, cumpliendo el primer supuesto de la ANOVA.

Tabla 55-3: Prueba de normalidad para el ANOVA

Prueba de Shapiro-Wilk		
Estadístico	Grados de libertad (gl)	Significancia
0,880	12	0,088

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Homocedasticidad de los residuos**

En la prueba de homogeneidad el valor de significancia es 0,437 (Tabla 56-3), este dato indica que la hipótesis nula (H_0) se acepta, es decir el test no encuentra diferencias significativas entre las varianzas de los grupos y se cumple el segundo supuesto del ANOVA.

Tabla 56-3: Prueba de Homocedasticidad para el ANOVA

	Estadístico de Levene	gl 1	gl 2	Significancia
En base a la media	1,011	3	8	0,437

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.6.6. *Análisis de varianza para el efecto de la concentración usando ZOGr*

Para el estudio de 4 diferentes concentraciones iniciales de AM con respecto a la concentración final de AM, se midió por triplicado la concentración final de AM a los 60 minutos. De acuerdo con los resultados del análisis de varianza, la significancia es $<0,002$ (mayor que $\alpha = 0,05$), por lo que se rechaza la hipótesis nula (igualdad de varianzas). Y se puede señalar con una significancia del 0,05 que, las diferentes concentraciones iniciales de AM producen diferencias en las concentraciones finales del colorante.

Tabla 57-3: ANOVA para el efecto de la concentración usando ZOGr

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Media cuadrática	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	38,109	3	12,703	36,656	$<0,002$
Dentro de grupos	7,628	8	0,954		
Total	45,738	11			

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Normalidad del ANOVA**

Con el test de Shapiro Wilk para el análisis de la normalidad, se puede mencionar que el valor de significancia es mayor a 0,05 y no se rechaza la hipótesis nula (normalidad de los datos); cumpliendo con el supuesto de normalidad.

Tabla 58-3: Prueba de normalidad para el ANOVA

Prueba de Shapiro-Wilk		
Estadístico	Grados de libertad (gl)	Significancia
0,976	12	0,702

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Homocedasticidad de residuos**

Según la prueba de Levene (Tabla 59-3) el valor de la significancia es igual 0,061, es mayor que α . Con lo último no se rechaza la hipótesis nula, que señala que las varianzas de los residuos son homogéneas, y se cumple así con el segundo supuesto.

Tabla 59-3: Prueba de homocedasticidad para el ANOVA

	Estadístico de Leven	gl 1	gl 2	Significancia
Basado en la media	3,72	3	8	0,061

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.6.7. *Análisis de varianza para el efecto de la temperatura usando ZOG*

Para el estudio de las diferentes temperaturas con respecto a la concentración final de AM, considerado la concentración final a los 60 minutos (cuándo se alcanza el equilibrio), esto se realizó por triplicado. Según el resultado de la ANOVA, ya que la significancia es $<0,001$ (menor que $\alpha = 0,05$), se rechaza la hipótesis nula, que señala que no existen diferencias significativas en la varianza de la concentración final de AM. Pudiendo mencionar que, las diferentes temperaturas producen cambios en la capacidad de adsorción del colorante o en su defecto sobre la concentración final del azul de metileno.

Tabla 60-3: ANOVA para el efecto de la temperatura usando ZOG

Fuente de variación	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	3,077	2	1064,080	36,656	0,001
Dentro de grupos	0,363	6	29,029		
Total	3,440	20			

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Normalidad del ANOVA**

De acuerdo con los resultados de la prueba de Shapiro Wilk, el valor de significancia supera los 0,05; llevando al no rechazo de la hipótesis nula de normalidad de los datos. De este modo se cumple el primer supuesto del ANOVA.

Tabla 61-3: Prueba de normalidad para el ANOVA

Prueba de Shapiro-Wilk		
Estadístico	Grados de libertad (gl)	Significancia
0,913	9	0,340

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Homocedasticidad de los residuos**

El test de Levene en base a la media señala que no se puede rechazar la hipótesis nula (varianza de residuos homogénea), ya que el valor de la significancia (0,358) es mayor que 0,05. Con esto se confirma el segundo supuesto de la ANOVA.

Tabla 62-3: Prueba de homocedasticidad para el ANOVA

	Estadístico de Leven	gl 1	gl 2	Significancia
Basado en la media	1,225	2	6	0,358

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

3.6.8. *Análisis de varianza para el efecto de la temperatura usando ZOGr*

Para el análisis de las diferentes temperaturas con respecto a la concentración final de AM, se midió por triplicado la concentración final de AM a los 60 minutos. De acuerdo con los resultados del análisis de varianza, la significancia es $<0,001$ (menor que $\alpha = 0,05$) por lo que la hipótesis nula es rechazada. Y se puede señalar que, la temperatura usando ZOGr como adsorbente, genera diferencias sobre la concentración final del azul de metileno y por tanto en la capacidad de adsorción de AM.

Tabla 63-3: ANOVA para el efecto de la temperatura usando ZOGr

Fuente de variación	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	11,57	2	5,785	40,124	<0,001
Dentro de grupos	0,865	6	0,144		
Total	12,435	8			

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Normalidad del ANOVA**

De acuerdo con los resultados de la prueba de Shapiro Wilk, para cada nivel de temperatura el valor de significancia supera los 0,05; llevando al no rechazo de la hipótesis nula de normalidad de los datos. De este modo se cumple el primer supuesto del ANOVA.

Tabla 64-3: Prueba de normalidad para el ANOVA

Prueba de Shapiro-Wilk		
Estadístico	Grados de libertad (gl)	Significancia
0,894	9	0,221

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022.

- **Homocedasticidad de los residuos**

El test de Levene en base a la media señala que no se puede rechazar la hipótesis nula (varianza de residuos homogénea), ya que el valor de la significancia (0,734) es mayor que 0,05. Con esto se confirma el segundo supuesto de la ANOVA.

Tabla 65-3: Prueba de homocedasticidad para el ANOVA

	Estadístico de Leven	gl 1	gl 2	Significancia
Basado en la media	0,326	2	6	0,734

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022

CONCLUSIONES

Se adsorbió azul de metileno en solución, usando los adsorbentes ZOG (Z:1g y OGr:10mg/ml) y ZOGr (Z:1g y OGr:5mg/ml) seleccionados en diferentes condiciones de pH, concentración de AM, y temperatura.

Se sintetizó óxido de grafeno usando el método de Hummers modificado, una vez obtenido, este se llevó a cabo un proceso de reducción usando ácido ascórbico (Vitamina C) para obtener óxido de grafeno reducido con un método ecológico que no genere compuestos perjudiciales para la salud.

Se caracterizó la zeolita natural, óxido de grafeno, óxido de grafeno reducido y el nanocompuesto de ZOG y ZOGr mediante espectroscopía UV-visible, en donde se identificó la transición de grupos funcionales característicos de cada compuesto, así también, se usó la espectroscopía FT-IR para identificar bandas de absorción propias de las vibraciones de enlaces distintivas del material esperado. Además, se usó la microscopía electrónica de barrido (SEM) para estudiar la morfología de los materiales, mientras que la espectroscopía de rayos X (EDS) permitió establecer la composición de estos.

Se estableció la efectividad de adsorción del azul de metileno en solución en diferentes condiciones. En cuanto al tiempo de contacto se logró una mayor capacidad de adsorción de 97,87 mg/g y 89,345mg/g, luego de 120 min, para ZOG y ZOGr respectivamente. Al variar el pH, se obtuvo una mayor capacidad de adsorción (92,487mg/g) a pH 9 para ZOG y 96,043 mg/g a pH 7 para ZOGr. Usando diferentes concentraciones iniciales de AM, luego de 120 min se determinó que usando una solución de 25 ppm se consigue una mayor capacidad de adsorción para ZOG (20,78mg/g) y ZOGr (21,176mg/g). Finalmente, a diferentes niveles de temperatura para ZOG, al cabo de 60 min, se identificó que a mayor temperatura (60°C) se consigue una mayor capacidad de adsorción (21,759mg/g); no así para ZOGr en donde se consigue una mayor capacidad de adsorción (17,373mg/g) a una menor temperatura (25°).

RECOMENDACIONES

Tomar en cuenta los rangos de temperatura establecidos en la síntesis de OG y OGr y controlar minuciosamente para que la oxidación de grafito se lleve a cabo adecuadamente.

Verificar que, durante la etapa de centrifugación, usada para neutralizar el pH del óxido de grafito, no se deseche el óxido de grafito junto con el sobrenadante ya que se pierde el nanomaterial y el porcentaje de rendimiento de la síntesis disminuye significativamente.

Se recomienda profundizar el tema con lo que respecta a la obtención del nanocompuesto de zeolita natural con OG y OGr, tomando en cuenta parámetros como la influencia del tiempo de agitación magnética, temperatura, cantidad de zeolita natural, y concentración de OG y OGr para una mejor efectividad en el proceso de impregnación.

GLOSARIO

Óxido de grafeno: Nanomaterial conformado por carbono, oxígeno e hidrógeno con un espesor de unos cuantos nanómetros y áreas superficiales grandes grafeno (Lunavictoria, M., 2020. p.11).

Óxido de grafeno reducido: Nanomaterial obtenido de la reducción de óxido de grafeno, con propiedades similares al grafeno debido a que se restaura parcialmente la aromaticidad del sistema (Tubón, K., 2021. pp.23-24).

Clinoptilolita: zeolita de origen natural formada por aluminosilicatos cristalinos con átomos de silicio y aluminio en el centro con los oxígenos en el centro y con cationes de compensación que ayudan a compensar el exceso local de carga (Montes, L, et al. 2015, pp. 5-6.).

Azul de metileno: Colorante que por periodos prolongados puede causar efectos nocivos para el ser humano y algunos animales, caracterizado por su alta solubilidad, brillo y resistencia (Figuroa et al., 2012.p.3).

Nanocompuesto: Material bifásico donde uno de ellos está en el rango nanométrico, tal es el caso del óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido, los cuales son reforzados con partículas como es el caso de la zeolita (Urquiza, F.& Maspoch, M.2009. p.7).

Adsorción: Atracción entre las moléculas de la superficie del sólido y las del fluido, caracterizada por ser selectiva y por ser un proceso rápido (Coavas, S. & Garcés, L., 2012. p.26).

Isotermas: Elemento o herramienta que permite cuantificar la afinidad del adsorbato por el adsorbente y consisten en ecuaciones de equilibrio existente entre la cantidad de adsorbato adsorbido en el adsorbente y la concentración del adsorbato en solución cuando se llega al equilibrio a temperatura constante (Andrade, 2007, p.21).

BIBLIOGRAFÍA

APOLITANO, M. & CEVALLOS, H. Efecto de la relación agua de teñido/carbón activado y tiempo en la adsorción de agua residual de la etapa de teñido en una curtiembre [en línea] (Trabajo de titulación). Universidad Nacional de Trujillo. Trujillo-Perú. 2018. pp. 11-12. . [Consulta: 15 de junio de 2022]. Disponible en: https://dspace.unitru.edu.pe/bitstream/handle/UNITRU/11452/ApolitanoBecerra_M%20-%20CevallosPerez_H.pdf?sequence=1&isAllowed=y

ANDRADE, G. Activación y caracterización de materiales nanoestructurados (CNx y CST): Remoción de Cadmio [en línea] (Trabajo de titulación) (Maestría) Instituto potosino de investigación científica y tecnológica, a.c., San Luis Potosí - México. 2009. pp. 21-22. [Consulta: 18 de diciembre de 2021]. Disponible en: <https://ipicyt.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1010/610/3/TMIPICYTA5A32007.pdf>.

ANGAMARCA, M. Utilización de óxido de grafeno reducido para la adsorción del azul de metileno de los efluentes provenientes de la industria textil [en línea] (Trabajo de titulación) (Maestría) Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Riobamba - Ecuador. 2020. p. 20. [Consulta: 18 de diciembre de 2021]. Disponible en: <http://dspace.esPOCH.edu.ec/bitstream/123456789/14096/1/20T01334.pdf>.

AREVALO, A. Evaluación de un método por espectroscopía Uv-vis para la detección de contaminantes orgánicos en agua [en línea] (Trabajo de titulación) (Pregrado) Universidad de San Carlos Guatemala, Guatemala. 2006. p. 12. [Consulta: 18 diciembre 2021]. Disponible en: https://www.researchgate.net/profile/Ana-Arevalo-5/publication/262010980_EVALUACION_DE_UN_METODO_POR_ESPECTROSCOPIA_UV-VIS_PARA_LA_DETECCION_DE_CONTAMINANTES_ORGANICOS_EN_AGUA/links/00b7d53658221d05c1000000/EVALUACION-DE-UN-UN

ARIAS, F.A., GUEVARA, M., TENE, T., ANGAMARCA, P., MOLINA, R., VALAREZO, A., SALGUERO, O., VACACELA, C., ARIAS, M. y CAPUTI, L.S. La adsorción de azul de metileno en óxido de grafeno reducido ecológico. *Nanomateriales* [en línea], 2020, (Ecuador) 10(4), pp. 1-16. [Consulta: 26 noviembre 2021]. ISSN 20794991. DOI 10.3390/nano10040681. Disponible en: <https://www.mdpi.com/2079-4991/10/4/681>.

AVILA, K. Estudio morfométrico de fitoplasmas de *Catharanthus roseus* por medio de técnicas de microscopía óptica y electrónica de transmisión y barrido lateral. [en línea] (Trabajo de titulación) (Pregrado) Universidad Militar Nueva Granada, Colombia. 2006. p. 22. [Consulta: 18 diciembre 2021]. Disponible en: <https://repository.unimilitar.edu.co/bitstream/handle/10654/10171/AvilaMendezKellyJohanna2006.pdf?sequence=2&isAllowed=y>

AVILÉS, J. Síntesis de óxido de grafeno por medio de mecano-química con aplicaciones electrónicas potenciales [en línea] (Trabajo de Titulación) (Pregrado) Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, México. 2020. pp. 10 - 15. [Consulta: 18 diciembre 2021]. Disponible en: [http://dgsa.uaeh.edu.mx:8080/bibliotecadigital/bitstream/handle/231104/1958/Síntesis de óxido de grafeno mecano - química.pdf?sequence=1&isAllowed=y](http://dgsa.uaeh.edu.mx:8080/bibliotecadigital/bitstream/handle/231104/1958/Síntesis%20de%20óxido%20de%20grafeno%20mecano%20-%20química.pdf?sequence=1&isAllowed=y).

BLANCO, B. & RAMOS, F. Decoloración y degradación de azul de metileno presente en agua. (Trabajo de titulación) (Pregrado). [En línea] Universidad Libre de Colombia, Facultad de Ingeniería. Bogotá-Colombia. 2017. p. 17 [Consulta: 2021-12-20]. Disponible en: [https://repository.unilibre.edu.co/bitstream/handle/10901/11182/TRABAJO DE GRADO_Fernando Ramos y Brayan Banco_CorreccionesJunio.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://repository.unilibre.edu.co/bitstream/handle/10901/11182/TRABAJO%20DE%20GRADO_Fernando%20Ramos%20y%20Brayan%20Banco_CorreccionesJunio.pdf?sequence=1&isAllowed=y)

BLESA, M. Síntesis, caracterización y aplicación de zeolitas CuHZSM-5 con porosidad jerarquizada para su uso como trampa de hidrocarburos durante el arranque en frío de motores (Trabajo de titulación) (Ingeniería). [En línea] Instituto de Carboquímica, Escuela de Ingeniería y Arquitectura. Zaragoza-España. 2013. pp.4-6 [Consulta: 2021-12-20]. Disponible en: <https://zagan.unizar.es/record/10593/files/TAZ-PFC-2013-271.pdf>

CHAPARRO, C., CABANZO, R. & MEJÍA, E. “Estudio de la adsorción de azul de metileno sobre óxido de grafeno” *Revista Colombiana de Materiales* [en línea], 2014, (Colombia) (5), pp. 131-139. [Consulta: 2021-11-29]. ISSN 2256-1013. Disponible en: <https://revistas.udea.edu.co/index.php/materiales/article/view/19442/16603>

CALDERON, M. Obtención de antecedentes experimentales para un tratamiento avanzado de adsorción de Edta en turba Magallanica (Tesis) (Pregrado) Universidad Católica de la Santísima Concepción, Facultad de Ciencias, Chile. 2005. p. 18. [Consulta: 15 enero 2022]. Disponible en: <http://www.eula.cl/giba/wp-content/uploads/2017/09/tesis-marioly-calderon-2005.pdf>.

CÁRDENAS, C. Corresponsabilidad, sustentabilidad hídrica y Objetivo de Desarrollo Sustentable (ODS) 6. Revista Científica A.S.A [en línea], 2019, (Venezuela) 1(12), pp. 62-73. [Consulta: 26 noviembre 2021]. Disponible en: <https://revistas.uclave.org/index.php/asa/article/download/2191/1232>.

CARRASQUER, F. Estudio de la capacidad de adsorción de lindano presente en corrientes acuosas con materiales nanocarbonosos [En línea] (Trabajo de fin de grado). (Pregrado) Escuela Politécnica Superior, Zaragoza-España. 2018. p. 35. [Consulta: 5 julio 2022]. Disponible en: <https://core.ac.uk/download/pdf/289997028.pdf>

CARRILLO, Y., & HERRERA, J. 2017. Remoción de azul de metileno de cuerpos de agua utilizando nanopartículas magnéticas Fe₃O₄ y carbón activado (Trabajo de titulación) (Ingeniería). Universidad Católica, Bogotá, Colombia. 2017. pp 20-23. [Consulta: 2020-11-08]. Disponible en: <https://repository.ucatolica.edu.co/bitstream/10983/24229/1/DOCUMENTO%20FINAL%20TESIS%201.pdf>

CASTELLAR, G., ANGULO, E., ZAMBRANO, A. y CHARRIS, D. Equilibrio de adsorción del colorante azul de metileno sobre carbón activado. Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica [en línea], 2013, (Ecuador) 16(1), pp. 263-271. [Consulta: 15 noviembre 2021]. ISSN 01234226. DOI 10.31910/rudca. v16.n1.2013.882. Disponible en: <https://revistas.udca.edu.co/index.php/ruadc/article/view/882/1037>.

CLAVIJO J. “Caracterización de materiales a través de microscopía electrónica de barrido (SEM)” [en línea], 2013, (Colombia) 3(3), pp. 133-146. [Consulta: 5 enero 2022]. ISSN-e 2248-5252. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=5085347>

COAVAS, S. & GARCÉS, L. Evaluación de la capacidad de adsorción en la cáscara de naranja (*citrus sinensis*) modificada con quitosano para la remoción de Cr (VI) en aguas residuales (Trabajo de titulación) (Ingeniería) [En línea] Universidad de Cartagena, Facultad de Ingenierías, Ingeniería Química. Cartagena-Colombia. 2012. p.26 [Consulta: 2021-12-28]. Disponible en: <https://repositorio.unicartagena.edu.co/bitstream/handle/11227/140/tesis%20Garces-Coavas.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

CORTÍNEZ, D. “Preparación de papel de óxido de grafeno para aplicaciones en tratamiento de aguas” (Trabajo de titulación) (Pregrado) [En línea] Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Física y Matemáticas, Ingeniería Química, Biotecnología y Materiales. Chile. 2018. p.61. [Consulta: 2022-02-15]. Disponible en: <https://revistas.udca.edu.co/index.php/ruadc/article/view/882/1037>

CURI, A., GRANDA, W., LIMA, H. & SOUSA, W. “Las zeolitas y su aplicación en la descontaminación de efluentes mineros”. *Scielo* [en línea], 2006, (Brasil) 17(6), pp. 111-118. [Consulta: 2021-12-13]. ISSN 0718-0764. Disponible en: https://www.scielo.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0718-07642006000600017

FARIÁS, L., DAVID, J., ROSALES, L., SÁENS, A. y LÓPEZ, L. Grafeno, el material del futuro síntesis y propiedades. *Ciencia Cierta* [en línea], 2017, (México) 1 (50), pp. 1-7. [Consulta: 18 diciembre 2021]. Disponible en: <http://www.cienciacierta.uadec.mx/articulos/cc50/grafeno.pdf>.

FERNANDÉZ, K. Propuesta de obtención de pellets de carbón-arcilla-zeolita para la remediación de suelos afectados por actividades mineras (Trabajo de Titulación) (Ingeniería) [En línea] Universidad del Azuay, Facultad de Ciencia y Tecnología, Escuela de Ingeniería en Minas. Cuenca-Ecuador. 2020. 38-41 [Consulta:2021-12-18]. Disponible en: <https://dspace.uazuay.edu.ec/bitstream/datos/10392/1/16018.pdf>

FIGUEROA, Danilo, HORMAZA, Angelina, & MORENO, Anderson. “Adsorción de azul de metileno sobre cascarilla de arroz”. *Scielo* [en línea], 2012, (Colombia) 7(1), pp.1-4. [Consulta: 08 noviembre 2022]. ISSN 1909-0455. Disponible en: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1909-04552012000100002

GARCÍA, N., VILLANUEVA, P., CAMPOS, E. y VELÁZQUEZ, A. Análisis de la adsorción como método de pulimiento en el tratamiento de aguas residuales. *Quiviera* [en línea], 2012, (México) 14(1), pp 109-129. [Consulta: 15 enero 2022]. DOI 10.1007/978-3-030-58292-0_170072. Disponible en: <https://bibliotecavirtual.unl.edu.ar:8443/bitstream/handle/11185/604/Tesis.pdf>.

GARCÍA, N. Una nueva generación de carbones activados de altas prestaciones para aplicaciones medioambientales [en línea] (Tesis) (Doctorado) Universidad de Oviedo. España, 2014. pp.15-16. [Consulta: 11/05/2020]. Disponible en:

<https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099.1/12077/Memòria.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

GARCÍA, V. Estudio de la estabilidad del óxido de grafeno con el tiempo [en línea] (Trabajo de Titulación) (Maestría) Universidad de Oviedo, Departamento de Ciencia de los Materiales Ingeniería Metalúrgica, España. 2013. pp. 10-15. [Consulta: 18 diciembre 2021]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/10651/19083>.

GUERRERO, J. Síntesis de óxido de grafeno como plataforma nanoscópica para materiales funcionales. [en línea] (Trabajo de Titulación) (Doctorado) Instituto Politécnico Nacional. Centro de Investigación de Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada, Tamaulipas-Altamira. 2015. pp. 115-116. [Consulta: 16 enero 2022]. Disponible en: <https://tesis.ipn.mx/handle/123456789/14714>

HÚMPOLA, P.D. Estudio de la adsorción de compuestos biorrefractarios en solución acuosa [en línea] (Trabajo de titulación) (Doctorado) Universidad Nacional del Litoral, Facultad de Bioquímica y Ciencias Biológica, Argentina. pp. 46-61. [Consulta 15 enero 2022]. Disponible en: <https://bibliotecavirtual.unl.edu.ar:8443/bitstream/handle/11185/604/Tesis.pdf>.

ITURBE, J. Compósitos a base de grafeno oxidado: propiedades adsorptivas y catalíticas [en línea] (Trabajo de titulación) (Doctorado) Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C., San Luis Potosi - México. 2015. p 26. [Consulta: 26 noviembre 2021]. Disponible en: <https://repositorio.ipicyt.edu.mx/handle/11627/3040>.

LEI, A., WAN, Q., ZHANG, C., ZHANG, Q., ZHANG, W., ZHOU, C. & ZHOU, W. “Fast and Considerable Adsorption of Methylene Blue Dye onto Graphene Oxide”. *Bull Environ Contam Toxicol*. [En línea], 2011, 87(1), p. 2. ISSN 00074861. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s00128-011-0304-1>

LUNAVICTORIA, M. Síntesis y caracterización de óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido. (Trabajo de Titulación) [En línea] Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Facultad de Mecánica, Ingeniería Mecánica. Riobamba-Ecuador. 2020. pp. 11-20 [Consulta: 2021-12-23]. Disponible en: si l

MARÍN, A. Estudio de adsorción de Boro con Amberlite IRA 743 [en línea] (Trabajo de titulación) (Maestría) Universidad Politécnica de Catalunya, Barcelona- España. 2012. p. 18. [Consulta: 15 enero

2022]. Disponible en:
<https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099.1/12077/Memòria.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.

MONTES , L., FUENTES, L., PERERA, M., PÉREZ, C., CASTRUITA., GARCÍA.S & GARCÍA Z. “Caracterización de clinoptilolita natural y modificada con Ca por distintos métodos físico-químicos para su posible aplicación en proceso de separación de gases”. *Scielo* [en línea], 2015, (México) 28(1), pp. 5-11. [Consulta: 16 febrero 2022]. ISSN 1665-3521. Disponible en: <http://www.scielo.org.mx/pdf/sv/v28n1/1665-3521-sv-28-01-00005.pdf>

MURALIDHARA, M., RAMESHA, G.K, SAMPATH, S. & VIJAYA A. “Graphene and graphene oxide as effective adsorbents toward anionic and cationic dyes”. *Journal of Colloid and Interface Science* [en línea],2011, (India) 361 (1), pp. 270-277. [Consulta: 2021-11-28]. ISSN 0021-9797. Disponible en:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0021979711006308?via%3Dihub>

NUNJA, J. Preparación de composito basado en óxido de grafeno y zeolita aplicado como material adsorbente en colorantes textiles (Trabajo de titulación) (Maestría) [En línea] Universidad Nacional José Faustino Sanchez Carrión, Escuela de posgrado. Huacho.2021. p.35 [Consulta: 2022-02-16]. Disponible en:
<http://repositorio.unjfsc.edu.pe/bitstream/handle/UNJFSC/4425/roci0%20ramirez.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

ORIHUELA E., Adsorción de disoluciones acuosas: isoterma de absorción y coeficientes de difusión. (Trabajo de titulación) (Doctoral). [En línea] Universidad Complutense de Madrid, Facultad de Ciencia Químicas. Madrid-España. 2015. [Consulta: 2021-12-29]. Disponible en: <https://eprints.ucm.es/id/eprint/52719/1/5309859314.pdf>

PIQUÉ, T. & VÁSQUEZ, A. “Uso de espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) en el estudio de la hidratación del cemento”. *Scielo* [en línea], 2012, 3(5), pp. 2-3. [Consulta: 2021-12-19]. ISSN 2007-3011. Disponible en: <http://www.scielo.org.mx/pdf/ccid/v3n2/v3n2a4.pdf>

RAMIREZ, R. Preparación de composito basado en óxido de grafeno y zeolita adsorbente en colorantes textiles [en línea] (Tesis) (Maestría) Universidad Nacional José Faustino Sanchez Carrión,

Huacho-Perú. 2021. p. 4. [Consulta: 15 noviembre 2021]. Disponible en: <http://repositorio.unjfsc.edu.pe/handle/UNJFSC/4425>.

RODRÍGUEZ, C. Obtención de hojas de óxido de grafeno para el desarrollo de nanocompositos poliméricos [en línea] (Tesis) (Doctorado) Universidad Autónoma de Nuevo León, México. 2012. pp. 17 - 18. [Consulta: 18 diciembre 2021]. Disponible en: <http://eprints.uanl.mx/3192/1/1080224380.pdf>.

ROMERO, R. Síntesis de Grafeno Derivado Químicamente mediante la Reducción Química de Óxido de Grafeno (Trabajo de Titulación) (Maestría) [En línea] Instituto Potosino de Investigación científica y tecnológica, A.C. Nanociencias y Materiales. San Luis Potosi-Mexico. 2015. Pp. 20-48 [Consulta: 2021-02-16]. Disponible en : <https://ipicyt.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1010/811/3/TMIPICYTR6S52015.pdf>

ROJAS VILLALVA, Y. & ZARATE VASQUEZ, C. Efecto del pH y el tiempo de contacto en la adsorción de cromo hexavalente en solución acuosa utilizando montmorillonita como adsorbente (Trabajo de titulación) (Ingeniería). [En línea] Universidad Nacional del Centro del Perú, Facultad de Ingeniería Química. Huancayo-Perú. 2015.p.60 [Consulta: 2022-01-05]. Disponible en: <https://repositorio.uncp.edu.pe/bitstream/handle/20.500.12894/1012/Rojas%20Villalva%20Yelitsa%20%2b.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

TOVAR MARTÍNEZ, E. Síntesis y caracterización de óxido de grafeno reducido y dopado con N mediante un Proceso Solvotérmico [En línea] (Trabajo de Titulación) (Maestría) Instituto Potosino de Investigación científica y tecnológica, A.C., Nanociencia y Materiales, San Luis Potosí, México. 2017. p.36 [Consulta: 2021-11-21]. Disponible en: <https://ipicyt.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1010/1612/1/TMIPICYTT6S52017.pdf>

TUBÓN, K. Estudio termodinámico de la adsorción de colorantes catiónicos en óxido de grafeno reducido. [En línea] (Trabajo de Titulación) (Pregrado) Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Riobamba-Ecuador. 2021. pp.19-24. [Consulta: 2022-05-10]. Disponible en: <http://dspace.espoch.edu.ec/handle/123456789/15351>.

URQUIZA, F.& MASPOCH, M. Estructura general de las arcillas utilizadas en la preparación de nanocompuestos poliméricos. *Ingenierías*, Vol.12, n°44 (2009.), p 7.

VALDÉS, H., TARDÓN, R.F. y ZAROR, C.A. Eliminación de colorantes catiónicos usando ozono, zeolita natural y ozono/zeolita. *Ingeniare* [en línea], 2009, (Chile) 17 (3), pp. 360-364. [Consulta: 26 noviembre 2021]. ISSN 07183291. DOI 10.4067/s0718-33052009000300009. Disponible en: https://www.scielo.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0718-33052009000300009.

VARGAS ASTUDILLO, D. Síntesis de óxido de grafeno reducido y aminado químicamente y su influencia en las propiedades eléctricas y mecánicas de nanocompuestos a base de caucho natural. (Trabajo de Titulación) [En línea] Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacéuticas, Departamento de Química Orgánica y Físicoquímica. Santiago-Chile. 2016. pp.7-8 [Consulta: 2021-12-27]. Disponible en: <https://repositorio.uchile.cl/bitstream/handle/2250/144751/Sintesis-de-oxido-de-grafeno-reducido-y-aminado-quimicamente.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

VILLALOBOS, D. (2018) Preparación de papel de óxido de grafeno para aplicaciones en tratamiento de aguas”. [En línea] (Trabajo de Titulación) (Pregrado) Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Departamento de Ingeniería Química, Biotecnología y Materiales, Chile. 2018. pp. 3-5. [Consulta: 2022-05-11]. Disponible en: <https://revistas.udca.edu.co/index.php/ruadc/article/view/882/1037>

ZOLEZZI, C. Efecto del grado de oxidación del óxido de grafeno sobre la remoción de contaminantes solubles y particulados [en línea] (Trabajo de Titulación) (Pregrado). Universidad de Chile, Facultad de ciencias Físicas y Matemáticas, Santiago de Chile -Chile. 2017. p 22. [Consulta: 18 diciembre 2021]. Disponible en: <https://repositorio.uchile.cl/bitstream/handle/2250/148988/Efecto-del-grado-de-oxidacion-del-oxido-de-grafeno-sobre-la-remocion-de-contaminantes.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.

ANEXOS

ANEXO A: FICHA TÉCNICA DE LA ZEOLITA NATURAL

Especificaciones técnicas



Certified to NSF/ANSI 61

Características fisicoquímicas

Tipo de dato	Estándar / metodología	Zeomedía 12-20	Zeomedía 14-40	Zeomedía 12-40
Peso volumétrico	ASTM D7263-09	690 - 730 kg/m ³		
Peso específico	ASTM D654-14	1.5 - 2.2 g/cm ³		
Rango de tamaño efectivo de mallas		8-20	14-40	12-20
Coefficiente de uniformidad	ASTM D1921-18	1.48	1.27	1.57
Material por debajo de la malla		2% max.		
Material disgregable en peso	Método Zeomex	3.5%		
Firmeza del grano		79	77.4	78.1
Trabajo de compresión	Texturómetro TVT	33	29	30
Coefficiente de Poisson		418	375	384
Área superficial	Método BET	35 - 40 m ² /g		
Clinoptilolita	Difracción rayos X	75-83 %		
Arcillas		3% max.		

Parámetros operacionales

	Zeomedía 12-20	Zeomedía 14-40
Tasa de flujo	8-20 gpm/ft ²	10-12 gpm/ft ²
	20-50 m ³ /h/m ²	26-32 m ³ /h/m ²
Máx tasa de flujo	20 gpm/ft ²	
	50 m ³ /h/m ²	
Flujo retrolavado	18 gpm/ft ²	
	44 m ³ /h/m ²	
Altura de expansión	50%	
Altura de la cama	30'-48' pg	30'-48' pg
	0,76-1,22 m	0,76-1,22 m
Máxima presión	45 psi	
Presión diferencial para filtro de agua	10-15 psi	10-15 psi

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022

ANEXO B: PROCESO DE SÍNTESIS DE OG Y OGR



Gráfica 1B: Equipo armado con grafito y H_2SO_4

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 2B: Adición de $KMnO_4$

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 3B: Adición de agua destilada

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 4B: Adición de H_2O_2 para detener
la oxidación

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 5B: Óxido de grafito

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 6B: Centrifugación de óxido de grafito

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 7B: Óxido de grafito lavado con agua destilada

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 8B: Secado de óxido de grafito

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 9B: Sonicación de láminas de óxido de grafito

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



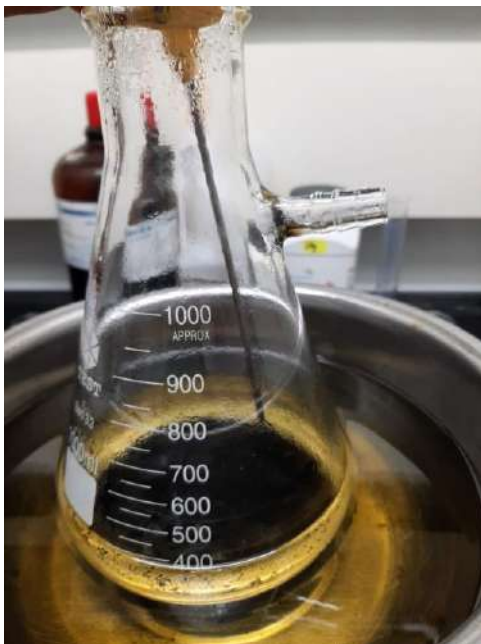
Gráfica 10B: Secado de OG

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 11B: Láminas de OG

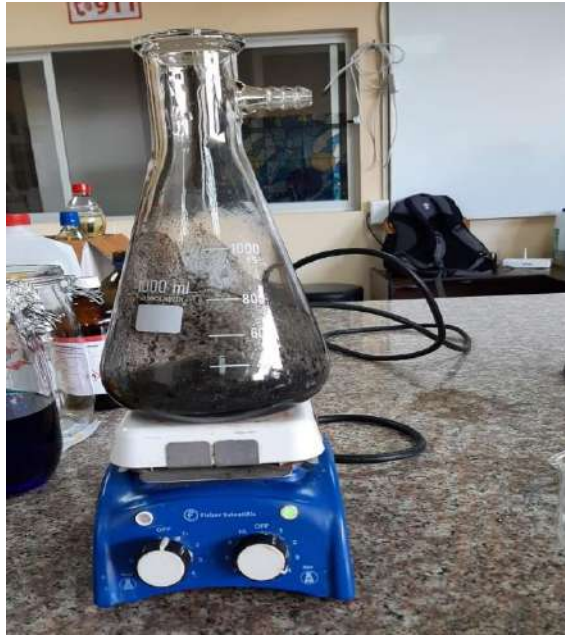
Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 12B: Reducción de OG con ácido ascórbico

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022

**ANEXO C: IMPREGNACIÓN DE ZEOLITA
NATURAL CON OG Y OGR**



Gráfica 1C: Impregnación de zeolita natural con OG usando agitador magnético

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 2C: zeolita natural (500g) con OG a 10mg/ml

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 3C: Zeolita natural (500mg) con a 5mg/ml

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 4C: Zeolita natural (500mg) con OG a 2,5mg/ml

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 5C: Zeolita natural (1g) con OG a 10mg/ml

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 6C: Zeolita natural (1g) con OG a 5mg/ml

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 7C: Zeolita natural (1g) con OG a 2,5mg/ml

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 8C: Zeolita natural (1g) con OGr a 5mg/l

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022

ANEXO D: PRUEBAS DE ADSORCIÓN DE AM



Gráfica 1D: Adsorción de AM en función del tiempo

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 2D: Cambio de pH de las soluciones de AM

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 3D: Adsorción de AM a 60°C

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022

ANEXO E: EQUIPOS USADOS PARA LA CARACTERIZACIÓN



Gráfica 1E: Microscopio de barrido electrónico (SEM),
Facultad de Mecánica-ESPOCH

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 2E: Espectrofotómetro FT-IR

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022



Gráfica 2E: Espectrofotómetro Uv-visible

Elaborado por: Centeno C., Pomasqui S. 2022