



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA**

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE COMPOSITOS DE  
ZEOLITA CON ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO PARA LA  
REMOCIÓN DE METALES PESADOS**

**Trabajo de Integración Curricular**

Tipo: Proyecto Técnico

Presentado para optar al grado académico de:

**INGENIERO QUÍMICO**

**AUTOR:**

**TORRES VALENCIA DERIAN DAVID**

Riobamba - Ecuador

2023



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA**

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE COMPOSITOS DE  
ZEOLITA CON ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO PARA LA  
REMOCIÓN DE METALES PESADOS**

**Trabajo de Integración Curricular**

Tipo: Proyecto Técnico

Presentado para optar al grado académico de:

**INGENIERO QUÍMICO**

**AUTOR: TORRES VALENCIA DERIAN DAVID**

**DIRECTOR: Ing. FABIAN ERNESTO ARIAS ARIAS Ph.D.**

Riobamba - Ecuador

2023

**©2023, Derian David Torres Valencia**

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

Yo, Derian David Torres Valencia declaro que el presente trabajo de integración curricular es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autor asumo 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, 23 de junio del 2023

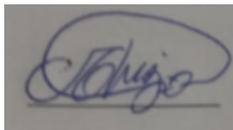
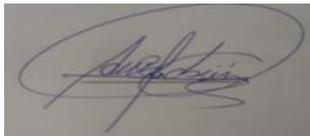
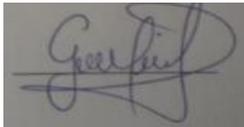


**Derian David Torres Valencia**

**080457711-2**

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA**

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: el Trabajo de Integración Curricular; Tipo: Proyecto de Investigación. **SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE COMPOSITOS DE ZEOLITA CON ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO PARA LA REMOCIÓN DE METALES PESADOS**, realizado por el señor **DERIAN DAVID TORRES VALENCIA**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros de Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales en tal virtud el tribunal autoriza su presentación.

	<b>FIRMA</b>	<b>FECHA</b>
Ing. Marco Raúl Chuiza Rojas. MsC. <b>PRESIDENTE DEL TRIBUNAL</b>	 _____	2023-06-09
Ing. Fabián Ernesto Arias Arias. PhD. <b>DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR</b>	 _____	2023-06-09
Ing. Gabriela Viviana Tubón Usca, PhD. <b>ASESOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR</b>	 _____	2023-06-09

## **DEDICATORIA**

De todo corazón dedico la presente tesis primeramente a Dios por no desampararme en los momentos difíciles, a mis padres y mis hermanos por haber estado junto a mí siempre apoyándome y aconsejándome para hacer de mí una gran persona, y a todas aquellas personas que de una u otra manera han contribuido en el logro de mis objetivos, sin el apoyo de ellos no podría haber alcanzado tal hazaña.

Derian

## **AGRADECIMIENTO**

Agradezco a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo por permitirme desempeñar mi carrera profesional, a los docentes de la Escuela de Ingeniería Química por los conocimientos obtenidos a lo largo de mi vida estudiantil, al Dr. Fabián Arias y a la Dra. Gabriela Tubón por el apoyo en el desarrollo y ejecución de mi proyecto de integración curricular, y a los técnicos docentes encargados de los laboratorios

Derian

## INDICE DE CONTENIDOS

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	xi
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xii
ÍNDICE DE ABREVIATURAS.....	xiii
RESUMEN.....	xiv
SUMMARY.....	xv
INTRODUCCIÓN.....	1

### CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN.....	2
1.1 Planteamiento del Problema.....	2
1.2 Problema General de Investigación.....	2
1.2.1 <i>Remoción de metales pesados</i> .....	2
1.3 Problemas específicos de investigación.....	3
1.3.1 <i>Síntesis y caracterización de compuestos de Zeolita</i> .....	3
1.4 Objetivos.....	3
1.4.1 <i>Objetivo general</i> .....	3
1.4.2 <i>Objetivos específicos</i> .....	3
1.5 Justificación.....	4
1.5.1 <i>Justificación Teórica</i> .....	4
1.5.2 <i>Justificación Metodológica</i> .....	4
1.5.3 <i>Justificación Práctica</i> .....	5

### CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO.....	6
2.1 Antecedentes de investigación.....	6
2.1.1 <i>Zeolitas</i> .....	6
2.1.2 <i>Clasificación de las zeolitas</i> .....	6
2.1.3 <i>Propiedades de las zeolitas</i> .....	8
2.1.3.1 Porosidad.....	8
2.1.3.2 Adsorción.....	9

2.1.3.3	Intercambio iónico (I.I).....	9
2.1.4	<b>Técnicas de caracterización</b> .....	9
2.1.4.1	Microscopia electrónica de barrido (SEM).....	9
2.1.4.2	Uv .....	10
2.1.4.3	EDX.....	10
2.1.4.4	Espectrometría infrarroja FTIR .....	11
2.2	<b>Referencias Teóricas</b> .....	11
2.2.1	<i>Metales pesados</i> .....	11
2.2.2	<i>Grafeno</i> .....	12
2.2.3	<i>Óxido de grafeno (GO)</i> .....	12
2.2.4	<i>Método de Hummers</i> .....	12
2.2.5	<i>Reducción del óxido de Grafeno</i> .....	13
2.2.6	<i>Síntesis</i> .....	13
2.2.7	<i>Propiedades</i> .....	14

### CAPÍTULO III

3.	<b>MARCO METODOLÓGICO</b> .....	15
3.1	<b>Enfoque de investigación</b> .....	15
3.2	<b>Nivel de Investigación</b> .....	15
3.3	<b>Diseño de investigación</b> .....	15
3.3.1	<i>Fases del diseño de la experimentación.</i> .....	16
3.3.1.1	<i>Fase 1</i> .....	16
3.3.1.2	<i>Fase 2</i> .....	16
3.3.1.3	<i>Fase 3</i> .....	16
3.3.1.4	<i>Fase 4</i> .....	16
3.3.1.5	<i>Fase 5</i> .....	16
3.3.1.6	<i>Fase 6</i> .....	17
3.3.1.7	<i>Fase 7</i> .....	17
3.3.1.8	<i>Fase 8</i> .....	17
3.3.1.9	<i>Fase 9</i> .....	17
3.3.1.10	<i>Fase 10</i> .....	18
3.3.1.11	<i>Fase 11</i> .....	18
3.3.2	<i>Según la manipulación o no de la variable independiente (no experimental, casi experimental, experimental)</i> .....	18
3.3.3	<i>Según las intervenciones en el trabajo de campo (transversal, longitudinal)</i> .....	18

3.4	Tipo de estudio (documental/de campo).....	19
3.5	Población y planificación, selección, cálculo de la muestra .....	19

## CAPÍTULO IV

4.	MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN RESULTADOS .....	21
4.1	Caracterización de la zeolita .....	21
4.1.1	<i>SEM +EDS zeolita</i> .....	21
4.1.2	<i>XRD Zeolita</i> .....	22
4.1.3	<i>FT-IR Zeolita</i> .....	22
4.2	Caracterización de GO.....	23
4.2.1	<i>UV óxido de grafeno</i> .....	23
4.3	Caracterización de GOr.....	24
4.3.1	<i>UV GOr</i> .....	24
4.3.2	<i>SEM y EDS</i> .....	24
4.3.3	<i>FT-IR de GOr</i> .....	25
4.4	Caracterización de ZGOr.....	26
4.4.1	<i>SEM y EDS de ZGOr</i> .....	26
4.4.2	<i>FT-IR de ZGOr</i> .....	27
4.5	Cinética de absorción.....	28
4.5.1	<i>Cinética para pseudo primer y segundo orden</i> .....	28
4.5.2	<i>Tiempo de contacto</i> .....	31
4.5.3	<i>Difusión de partículas</i> .....	32

## CAPITULO VI

CONCLUSIONES.....	36
RECOMENDACIONES.....	37
BIBLIOGRAFÍA	
ANEXOS 41	

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 3-1:</b> Variables a tomadas durante el proceso de agitación y centrifugado.....	18
<b>Tabla 3-2:</b> Proceso en la síntesis del óxido de grafeno. ....	18
<b>Tabla 3-3:</b> Reactivos y materiales para el proceso de obtención del GO.....	19
<b>Tabla 4-1:</b> Datos de adsorción a 19°C , 25°C y 35°C pruebas estacionarias.....	29
<b>Tabla 4-2:</b> Parámetros de modelo cinético pseudo primer orden y pseudo segundo orden .....	31
<b>Tabla 4-3:</b> Modelo cinético IPD de pseudo primer orden y pseudo segundo orden .....	35

## ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

<b>Ilustración 2-1:</b>	Clasificación de las zeolitas por número de tetraedros.....	7
<b>Ilustración 2-2:</b>	Clasificación de las zeolitas por la dimensión de canales.....	8
<b>Ilustración 4-1:</b>	Zeolita a través del SEM.....	21
<b>Ilustración 4-2:</b>	Grafica de espectroscopia de energía dispersiva de rayos X de <b>SiO<sub>2</sub></b> .....	21
<b>Ilustración 4-3:</b>	Grafica XRD de la zeolita.....	22
<b>Ilustración 4-4:</b>	Grafica FT- IR de la zeolita .....	22
<b>Ilustración 4-5:</b>	Caracterización del óxido de grafeno .....	23
<b>Ilustración 4-6:</b>	Caracterización del óxido de grafeno reducido.....	24
<b>Ilustración 4-7:</b>	Gráfica SEM del óxido de grafeno reducido .....	24
<b>Ilustración 4-8:</b>	Grafica de espectroscopia de energía dispersiva de rayos X del GOr.....	25
<b>Ilustración 4-9:</b>	Grafica FT- IR en la síntesis de óxido de grafeno reducido .....	26
<b>Ilustración 4-10:</b>	Gráfica SEM y EDS del ZGOr .....	26
<b>Ilustración 4-11:</b>	Grafica de espectroscopia de energía dispersiva de rayos X del ZGOr.....	27
<b>Ilustración 4-13:</b>	Regresión de pseudo primer orden (a, c, e) y pseudo segundo orden (b, d, f) a 19, 25 y 35°C.....	30
<b>Ilustración 4-14:</b>	Graficas de tiempo de contacto a 19°C, 25°C y 35°C .....	32
<b>Ilustración 4-15:</b>	Difusión de partícula a 19°C, 25°C y 35°C .....	34

## **ÍNDICE DE ANEXOS**

**ANEXO A:** MEDICIÓN DEL PESO DEL GRAFITO

**ANEXO B:** ADICIÓN DE REACTIVOS

**ANEXO C:** AGITADO Y CENTRIFUGADO PARA ALCANZAR EL PH ADECUADO

**ANEXO D:** OBTENCIÓN DEL ÓXIDO DE GRAFENO

**ANEXO E:** SECADO DEL ÓXIDO DE GRAFENO

## ÍNDICE DE ABREVIATURAS

<b>GO</b>	Óxido de grafeno
<b>GOr</b>	Óxido de grafeno reducido
<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>	Ácido sulfúrico
<b>KMnO<sub>4</sub></b>	Permanganato de potasio
<b>HCl</b>	Ácido clorhídrico
<b>RPM</b>	Revoluciones por minuto
<b>UV – VIS</b>	Ultraviolet-visible spectroscopy (Espectroscopia ultravioleta-visible)
<b>AA</b>	Ácido ascórbico
<b>mL</b>	Mililitros
<b>mg</b>	Miligramos
<b>g</b>	Gramos
<b>SEM</b>	Scanning Electron Microscope (Microscopia Electrónica de Barrido)
<b>FT – IR</b>	Fourier transform infrared spectroscopy
<b>mg/L</b>	Miligramos sobre litro
<b>mg/mL</b>	Miligramos sobre mililitro
<b>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	Peróxido de hidrogeno (Agua oxigenada)
<b>nm</b>	Nanómetro
<b>ZGOr</b>	Zeolita funcionalizada con óxido de grafeno

## RESUMEN

Durante años ha existido un aumento en la preocupación por la contaminación ambiental, por ende, ha existido una creciente actividad en el ámbito de la investigación y desarrollo, así como en la implementación de tecnologías sustentables en los procesos industriales ha conseguido menguar la excesiva contaminación al medio ambiente. Este trabajo tuvo como objetivo sintetizar y caracterizar compositos de zeolita y oxido de grafeno reducido para la remoción de metales pesados. Se empleó oxido de grafeno reducido (GOr) sintetizado mediante el método de Hummers y reducido con ácido ascórbico (AA), el producto resultante tanto de GO como GOr se caracterizó espectroscópicamente y morfológicamente probando la obtención de ambos materiales. Posteriormente, la funcionalización de la zeolita con el GOr donde se mezclaron 2 gramos de zeolita con 1mL de  $H_2SO_4$  concentrado y 25 ml de GOr estos fueron mezclados en un matraz de ebullición y se sometieron a reflujo por 24 horas a  $100^\circ C$  este se lavó posteriormente con etanol absoluto y se sometió a las respectivas pruebas de adsorción donde se detalla el tiempo de contacto, este determinó que a los tiempos de (90, 60 y 90 )min y a las temperaturas de (19, 25 y  $35^\circ C$ ) respectivamente se saturaron los sitios activos del material en ese instante la adsorción de mercurio se comportó de una manera más lenta hasta alcanzar el punto de equilibrio, mediante el modelo cinético se determinó que los valores de  $R^2$  son extremadamente bajos lo que demuestra una correlación nula entre los datos por lo que la cinética de adsorción no se ajusta a un comportamiento de pseudo primer orden en todos los ensayos, en el proceso de difusión se determinó que el aumento de la temperatura no influye en el proceso adsorción ya que a  $19^\circ C$  se obtuvo los valores más altos de adsorción.

**Palabras clave:** <GRAFENO>; <ZEOLITA>; <ADSORCIÓN>; <EQUILIBRIO>; <MÉTODO DE HUMMERS>.

1631-DBRA-UPT-2024

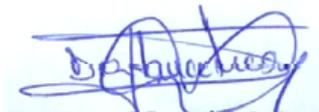


## SUMMARY/ABSTRAC

For years there has been an increasing concern about environmental pollution, therefore, there has been a growing activity in the field of research and development, as well as in the implementation of sustainable technologies in industrial processes has managed to reduce excessive pollution to the environment. The aim of this work was to synthesize and characterize zeolite and reduced graphene oxide composites for the removal of heavy metals. Reduced graphene oxide (GOr) synthesized by Hummers method and reduced with ascorbic acid (AA) was used, the resulting product of both GO and GOr was characterized spectroscopically and morphologically testing the obtaining of both materials. Subsequently, the functionalization of zeolite with GOr where 2 grams of zeolite were mixed with 1mL of concentrated  $H_2SO_4$  and 25 ml of GOr these were mixed in a boiling flask and subjected to reflux for 24 hours at  $100^\circ C$  this was subsequently washed with absolute ethanol and subjected to the respective adsorption tests where the contact time is detailed, This determined that at times of (90, 60 and 90 )min and temperatures of (19, 25 and  $35^\circ C$  respectively, the active sites of the material were saturated at that instant the adsorption of mercury behaved in a slower way until reaching the equilibrium point, By means of the kinetic model it was determined that the  $R^2$  values are extremely low, which shows a null correlation between the data, so the adsorption kinetics does not adjust to a pseudo first order behavior in all the tests, in the diffusion process it was determined that the increase in temperature does not influence the adsorption process since at  $19^\circ C$  the highest adsorption values were obtained.

**Keywords:** <GRAPHENE>; <ZEOLITE>; <ADSORPTION>; <EQUILIBRIUM>; <HUMMERS METHOD>.

1631-DBRA-UPT-2024



Dra. Nanci M. Inca Ch.

0602926719

## INTRODUCCIÓN

El presente trabajo de investigación nació de la idea de obtener un filtro capaz de remover metales pesados presentes en efluentes mineros debidos al aumento tanto en la minería industrial como artesanal para lo cual este se basó en el presente aumento de la contaminación por metales pesados en lugares aledaños donde es realizada esta clase de explotación , para cual se realizó una investigación bibliográfica donde se halló información acerca de compuestos capaces de adsorber esta clase de contaminantes presentes en el agua , estos tienen determinadas propiedades que los convierten en una alternativa eficaz en la remoción de metales especialmente porque se podrían conseguir fácilmente a grandes escalas , ya que uno de estos se encuentra en la naturaleza en estado puro como es la zeolita , y el otro se puede obtener a base de una serie de reacciones provocando una mejora sustancial en sus propiedades

El filtro de zeolita funcionalizada con óxido de grafeno reducido también surgió con el afán de promover una alternativa verde a la contaminación de ríos y lagos contaminados por grandes empresas para lo cual se sintetizó óxido de grafeno a través del método de Hummers como el método más factible en la síntesis y al mismo tiempo el menos contaminante por su nula proliferación de gases que consiste en la oxidación del grafito a óxido de grafito tratando este con ácido sulfúrico concentrado nitrato de sodio y permanganato de potasio donde el  $H_2SO_4$  y el  $KMnO_4$  actuaban como medios oxidantes en la reacción , de este modo se pudo convertir óxido de grafito a GO después usando agentes reductores como el ácido ascórbico y a una temperatura y agitación constante se logró obtener GOr para luego ser analizado mediante las respectivas pruebas espectro fotográficas, sucesivamente después de haber obtenido el GOr se procedió a realizar la funcionalización de este modo nuestra zeolita se impregnara del GOr garantizando una excelente adsorción por parte de la unión de estos dos nano materiales que poseen gran capacidad en la adsorción de metales pesados , se realizaron las respectivas muestras pilotos en la adsorción mercurio del agua, de la forma que se obtuvo grandes resultados en el estudio de esta

## CAPÍTULO I

### 1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

#### 1.1 Planteamiento del problema

Existe un aumento en la preocupación por la contaminación ambiental, esto ha resultado en una creciente actividad en el ámbito de la investigación y el desarrollo, así como en la implementación de tecnologías sustentables, esto como una normativa más estricta. Como resultado, la implementación de tecnologías limpias en los procesos industriales ha conseguido menguar la excesiva contaminación al medio ambiente. Una de los mayores problemas que esta conlleva es la contaminación pasiva y acumulativa, ya que en esta no se llega a observar sus consecuencias hasta que el daño es irreparable, especialmente relacionada con la salud.(Carpio et al., 2015, p. 89)

Los daños a la salud resultados de la acumulación biológica de metales resulta preocupantes, éstas conllevan daños a órganos y efectos cancerígenos. Estos suelen provenir de grandes fuentes industriales, agrícolas y domésticas etc. En nuestro país, la cantidad de minería artesanal e ilegal se ha incrementado increíblemente, lo que se traduce en un aumento de la contaminación por metales pesados, que afecta el medio ambiente y amenaza la salud humana. La contaminación por metales pesados y metaloides en los recursos de agua, suelo y aire es uno de los problemas más graves que amenazan la seguridad alimentaria y la salud pública a nivel mundial (Reyes et al., 2016)

#### 1.2 Problema general de investigación

##### 1.2.1 *Remoción de metales pesados*

Estos no son más que un conglomerado de componentes químicos, que poseen densidades elevadas. Por lo común, son tóxicos para las personas, estos se pueden encontrar en la corteza de la tierra, la continua contaminación del agua potable es generada debido a la emisión de altas concentraciones de níquel, cobre; entre otros a través del aire.

Se encuentran presente en el aire elementos como: plomo, cromo y mercurio. La peligrosidad es mayor al saber que no se degradan por métodos químicos ni biológicos. Al ser emitidos a través del aire, pueden permanecer muchísimo tiempo en el ambiente. Existen algunas técnicas que se han implementado para tratar y remover estos contaminantes, estos son de tipo convencional como son algunas nombradas a continuación: electrocoagulación, coagulación-floculación,

adsorción, entre muchas otras. También se presentan las no convencionales que se refieren a procesos innovadores.

Se ha vuelto muy importante encontrar diferentes métodos para capturar y extraer estos metales de las fuentes de agua y reducir su toxicidad para proteger tanto los ecosistemas como la vida humana. Entre los diversos métodos existentes para el control de estos metales se encuentran: precipitación, redox, intercambio iónico, filtración, tratamiento electroquímico, tecnología de membranas y recuperación por evaporación, adsorción y adsorción biológica. Los metales pesados incluyen plomo, mercurio, cromo etc. El documento describe varias fuentes de metales pesados, sus impactos en los ecosistemas y la salud humana, y los diferentes métodos de eliminación disponibles. (Pabón et al., 2020)

### **1.3 Problemas específicos de investigación**

#### ***1.3.1 Síntesis y caracterización de compuestos de Zeolita***

Las zeolitas naturales son usadas en el removimiento de metales pesados de subproductos mineros y metalúrgicos. Consisten en estructuras tridimensionales cristalinas, formadas por tetraedros.

### **1.4 Objetivos**

#### ***1.4.1 Objetivo general***

- Sintetizar y caracterizar composites de zeolita con óxido de grafeno reducido para la remoción de metales pesados.

#### ***1.4.2 Objetivos específicos***

- Caracterizar física-químicamente zeolita natural proveniente de la provincia de Chimborazo.
- Sintetizar y caracterizar óxido de grafeno reducido a partir de Grafito.
- Funcionalizar zeolita con óxido de grafeno reducido y caracterizar por métodos espectroscópicos.
- Determinar la capacidad de adsorción de Hg en aguas.

## **1.5 Justificación**

### ***1.5.1 Justificación teórica***

Los metales pesados tienden a ser una categoría de elementos que pueden ser nocivos para la salud en grandes cantidades en el organismo; Entre los más peligrosos y comunes se encuentran el mercurio, el cadmio, el plomo, el arsénico y el cromo. La zeolita es un mineral obtenido de la combinación de las cenizas de las erupciones volcánicas y el agua de los mares. Su nombre proviene de la conjugación de las palabras griegas "ZEO" = cocinero y "LITHOS" = piedra. La zeolita posee la capacidad de adsorber contaminantes como los metales pesados del agua. El GO es sometido a un proceso de reducción, de esta manera se crea una carga negativa que lo hace apto para conectarse con elementos catiónicos. El GO consiste en una disposición semi aromática de átomos de carbono unidos a grupos de oxígeno. Su patrón es comparable al grafito, aunque su espacio reticular se modifica de 0,34 a 0,7 nm. (Pabón et al., 2020)

### ***1.5.2 Justificación metodológica***

Las zeolitas tienen una gran capacidad para eliminar metales pesados como Cd, Hg, Pb entre otros en efluentes de minería metalúrgica; se producen y procesan a bajo costo; En la minería informal, las zeolitas se utilizan para descontaminar el mercurio y también para adsorber vapores de mercurio de cúpula que queman. (Curi et al., 2006, p.111) .El grafeno se puede producir por deposición de vapor y procesos mecánicos o químicos, por lo que necesita como disolvente más que como precursor del grafito. El óxido de grafito se puede exfoliar con un solvente orgánico para formar óxido de grafeno GO, que produce varias formas de dispersión estables a largo plazo. Su superficie ofrece propiedades electroquímicas, mecánicas y físicas de gran interés según (Páez Pacheco & Castro, 2019, p.56)

El óxido de grafeno tiene una estructura con grupos situados en las láminas y a lo largo de los lados, por lo que es más utilizado que el grafeno. Para mantener parcialmente la conductividad del grafeno, un método consiste en reducir el óxido de grafeno, dando lugar a una versión modificada de óxido de grafeno reducido GOr. Este tipo de material sigue teniendo grupos funcionales de oxígeno que pueden reaccionar con otras moléculas al mezclar.(Colom et al., 2020, p.591)

### ***1.5.3 Justificación práctica***

c. Estos metales pueden representar un grave problema de salud, especialmente para los residentes de las comunidades cercanas a las zonas mineras. (Reyes et al., 2016)

Las zeolitas son usadas para remover metales pesados de las aguas residuales minerales contaminantes, para hacer frente al drenaje ácido de las minas y a la lixiviación de rocas, para adsorber el vapor de mercurio de los vasos de amalgama en combustión y también para tratar suelos contaminados por radiaciones y líquidos radiactivos.(Curi et al., 2006, p.118) El GO y el GOr no pueden utilizarse eficazmente para adsorber diversos contaminantes ambientales porque sus superficies carecen de grupos ionizables. (Gordón, 2017, p.21)

## CAPÍTULO II

### 2. MARCO TEÓRICO

#### 2.1 Antecedentes de investigación

El tema "Zeolita y sus Aplicaciones en la Descontaminación de Residuos Mineros" La zeolita natural se crea cuando los líquidos llenan los espacios vacíos, como ocurre en los procesos hidrotermales o mediante la transmisión del vidrio volcánico. La presión, la temperatura, la actividad iónica y la presión del vapor de agua influyen en los distintos tipos de zeolitas que pueden formarse. De la gran variedad de zeolitas naturales, solo unas pocas se utilizan habitualmente. (Jiexiang y Surent, 1993), incluidas la mordenita, la clenoptilolita, la holandita, la philipsita, la erwinita y la chapsita.(Curi et al., 2006, p.112)

##### 2.1.1 Zeolitas

Las zeolitas son una de las mayores categorías de minerales, que son aluminosilicatos cristalinos micro porosos con vías y cavidades de tamaño molecular. En un lenguaje más sencillo, se trata de materiales que tienen una estructura cristalina 3D en gran medida abierta, formada por átomos de aluminio, silicio, oxígeno, así como metales alcalinos o alcalinotérreos como el sodio (Na), (K) y el (Mg), además de moléculas de agua encerradas en los espacios entre ellos. Las zeolitas poseen un conjunto de estructuras cristalinas con cavidades considerables y uniformes cuyo tamaño es comparable al de moléculas minúsculas.(Curi et al., 2006, p.111)

Las zeolitas son muy apreciadas en muchos campos industriales y tienen diversos usos, como refinar el petróleo crudo y producir gasolina en la industria petroquímica, y purificar el agua contaminada con metales pesados. Además, se utiliza a menudo en el sector alimentario, tanto para humanos como para animales; por ejemplo, se utilizan para encerrar componentes nutritivos que luego pueden liberarse en los organismos. Las zeolitas pueden actuar como depósito de los componentes activos de los fertilizantes, liberándolos gradualmente para nutrir las plantas y reducir así la cantidad de fertilizante necesaria. También evitan que el exceso de fertilizante penetre en las fuentes de agua..(Curi et al., 2006, p.115)

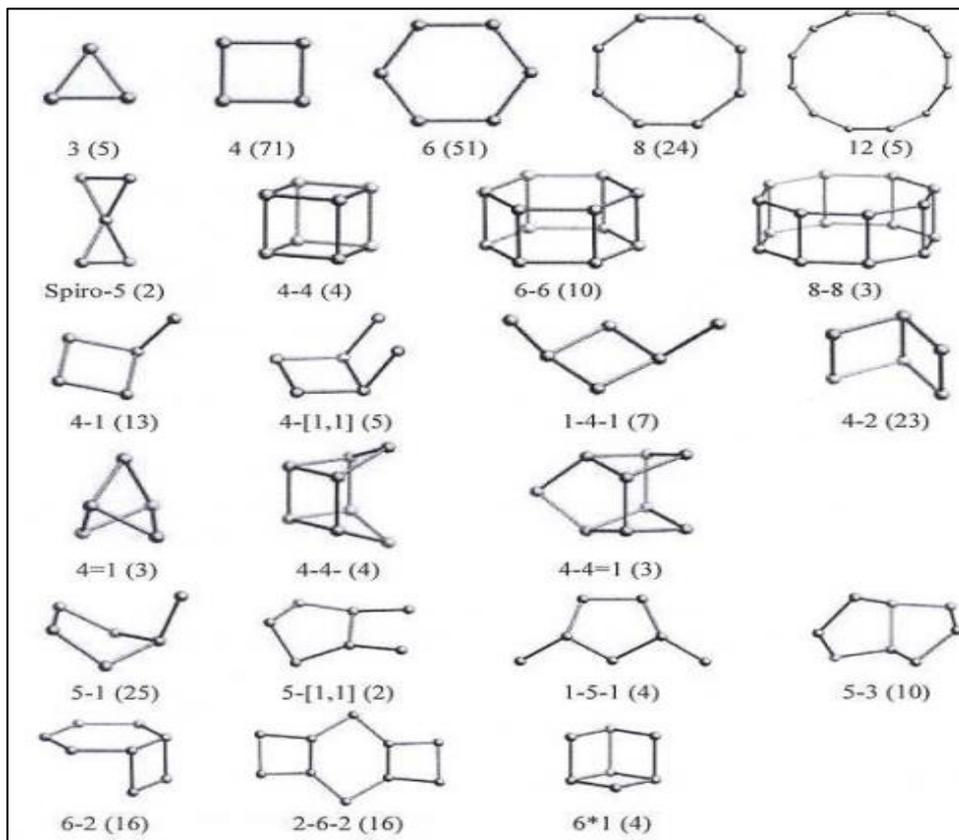
##### 2.1.2 Clasificación de las zeolitas

La IZA es la asociación encargada de acreditar códigos de 3 letras a todas las estructuras de zeolitas conocidas. Existe una base de datos que contiene 201 arquitecturas distintas. Para

caracterizar estas estructuras, se utilizan las (SBU), estas son los conjuntos más pequeños de tetraedros que pueden usarse para construir cada estructura. (Margarit, 2012)

Las zeolitas pueden clasificarse en función del número de tetraedros que forman los poros, de la siguiente manera:

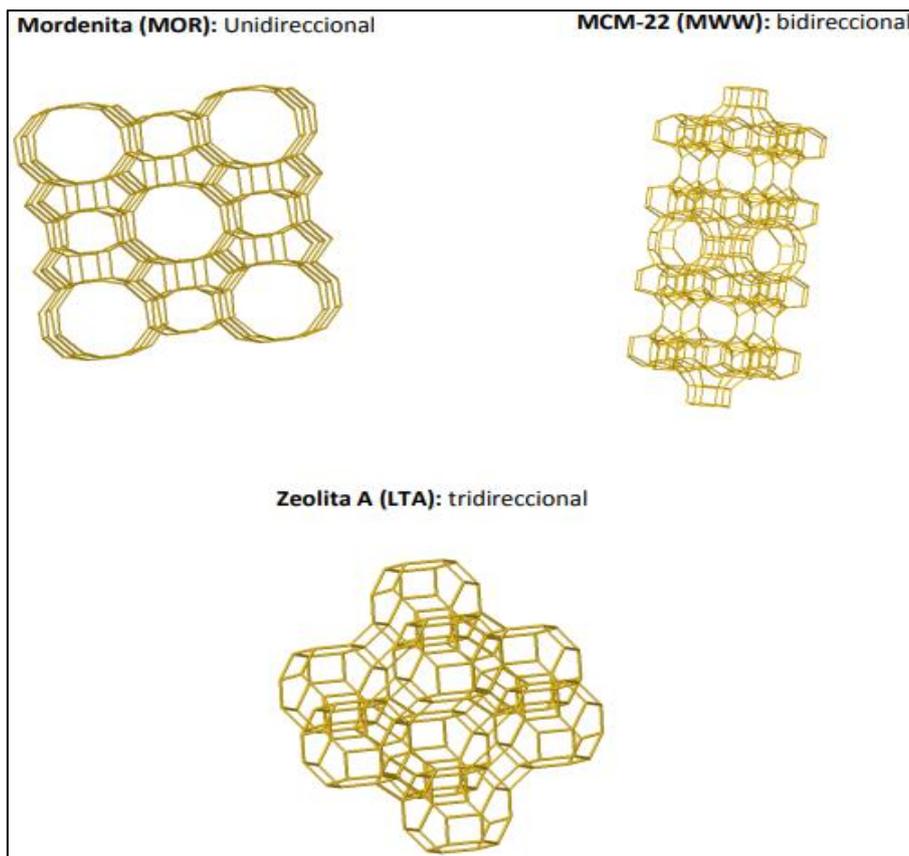
- **Las zeolitas de poros pequeños:** tienen canales rodeados por anillos de 8 tetraedros
- **las zeolitas de poros medianos:** están delimitadas por anillos de 10
- **las zeolitas de poros grandes:** están rodeadas por anillos de 12
- **las zeolitas de poros ultra grandes:** poseen canales delimitados por más de 12 tetraedros.



**Ilustración 2-1:** Clasificación de las zeolitas por número de tetraedros

**Fuente:** (Margarit, 2012)

Las zeolitas se pueden clasificar por la dimensión del canal, dependiendo de si los canales están dispuestos en una, dos o tres dimensiones (Margarit, 2012):



**Ilustración 2-2:** Clasificación de las zeolitas por la dimensión de canales

Fuente: (Margarit, 2012)

### 2.1.3 *Propiedades de las zeolitas*

#### 2.1.3.1 *Porosidad*

Estas están formadas por canales y cavidades de tamaño molecular regular y uniforme (3 a 13 nanómetros), acercándose al diámetro cinético de un gran número de moléculas. Este tipo de estructura micro porosa le da a la zeolita una superficie interna muy grande en comparación con su superficie externa. La IUPAC toma en cuenta tres tipos de poros en función de su tamaño .A partir de un tamaño de 50 nm, hablamos de poros grandes, mesoporos con diámetros entre 2 y 50 nm, y poros pequeños en las zeolitas tienen un tamaño inferior a 2 nm (Curi et al., 2006, p.116) Si la distancia entre las dos superficies es lo suficientemente corta, el potencial de adsorción aumenta y las moléculas dentro del poro son atraídas a través de la superficie del poro, aumentando la fuerza de atracción. Es decir, cuanto más pequeña es la abertura, más profundo es el pozo de potencial. Si los poros son lo suficientemente grandes, las partículas se adsorberán en una sola capa a cierta distancia (distancia de adsorción) de la superficie y, a medida que aumente la cantidad de adsorbente, el adsorbente se moverá hacia la superficie. Apilados en capas consecutivas (múltiples rellenos).(Curi et al., 2006, p.117)

### 2.1.3.2 Adsorción

En un sólido la superficie es aquella región que explica muchas de sus propiedades, Esta contiene átomos que no tienen cohesión compensatoria como en los sólidos, lo que finalmente determina las propiedades de adsorción en los sólidos. Cuando la distancia entre las moléculas cercanas a la superficie es lo suficientemente grande, no hay interacciones significativas, por lo que la energía del sistema se aproxima a cero, si las moléculas se acercan a la superficie, en el sistema la energía comienza a decrecer esto debido a las fuerzas de enlace que empiezan a mantener un equilibrio(Curi et al., 2006, p.118).

Se puede decir entonces que el rendimiento en la adsorción es capaz de crear una fuerza de atracción que acerca la molécula a la superficie. A medida que la distancia entre la superficie y la molécula libre comienza a disminuir, la fuerza de repulsión se vuelve significativa, por lo tanto, existe una distancia donde la energía del sistema se minimiza. La gran eficiencia de adsorción de la zeolita es gracias a su gran superficie interna. A medida que disminuye el tamaño de los poros, la posibilidad de adsorción aumenta rápidamente esto es posible a por superposición de las paredes de los poros. Por lo tanto, para el mismo adsorbente, cuanto menor sea el tamaño de los poros, mayor será la interacción con las paredes de los poros y mejor será el confinamiento de las moléculas del adsorbente.(Curi et al., 2006, p.118).

### 2.1.3.3 Intercambio iónico (I.I)

La propiedad de intercambio iónico es dada en silicatos como arcillas y las zeolitas, esta es considerada una propiedad esencial en este tipo de minerales estas están dadas como el producto del reemplazamiento simétrico por átomos de (SI) en su composición , esta clase de reemplazamiento está dado por los átomos de (Al) cuaternario, como resultado de esta existe una carga negativa en su composición , en esta el tamaño de las cavidades y los cationes de intercambio determinan el curso del proceso. El accionar de estas depende de diversos factores que tienden a decantarse a la selectividad (Curi et al., 2006, p.118)

## 2.1.4 Técnicas de caracterización

### 2.1.4.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Las imágenes obtenidas de microscopía electrónica pueden obtenerse capturando, procesando y visualizando las señales producidas por la interacción de electrones de gran energía con el objeto a analizar. Estas proporcionan información sobre las propiedades de la materia a lo largo de los

tres ejes x y z, y cambiar su orientación. En esta se procede a colocar detectores que inspeccionan las señales que las muestras emiten, los microscopios (SEM) tienen un cañón de electrones, a partir de la cual se genera un haz de electrones, este se enfoca sobre la muestra la cual es analizada. Los reactivos inspeccionan las señales producidas por la materia analizada, estas son inspeccionadas y reconocidas por el sistema computacional (Silva & Medina, 2022)

Este haz pasa a través de una fila de lentes y reducidas aberturas hasta que se enfoca en la materia a analizar, claramente, la medida del haz de es la encargada de la resolución de la muestra la máxima diferencia entre las imágenes ópticas, los SEM no realizan una imagen real, más bien una ilustración virtual a partir de la señal captada por la materia a analizar , Al final se ajusta la capacidad del haz de electrones de manera que se obtiene en el monitor un gráfico de acuerdo a los puntos, que es claramente el grafico obtenido por el microscopio SEM. (Silva & Medina, 2022)

#### 2.1.4.2 *Uv*

Este es un método espectroscópico cuyo objetivo es calcular la luz en el rango ultravioleta transferida por la materia a analizar, esta tiene la capacidad de analizar la estructura de la muestra. La adsorción ultravioleta es capaz de producir transformaciones entre el nivel de energía de la muestra, por lo que también se denomina espectroscopia electrónica. Esta permite la caracterización nano de partículas y también esta es usada para saber el grado de adición de nano partículas de este modo se podrá inspeccionar que tan estables son las suspensiones de nano partículas , esta también está basada en las medidas de absorción de luz por la muestra como producto de las transformaciones electrónicas, (Silva & Medina, 2022)

#### 2.1.4.3 *EDX*

Esta basa su funcionamiento en medir la longitud de onda y la intensidad de las transiciones electrónicas que suceden desde el nivel de energía exterior de un átomo hasta su nivel de energía interior. La radiación que emite es obtenida por detectores de este modo se genera un espectro para cada uno de los elementos, esto permite la identificación de todos elementos presentes en la materia a analizar. Está basada en la energía de fotones , los electrones de la capa interna del átomo serán expulsados como fotoelectrones, esto hará que el átomo se ionice, estos es a causa de la pérdida de un electrón interno (Silva & Medina, 2022)

#### 2.1.4.4 *Espectrometría infrarroja FTIR*

Esta es utilizada especialmente para caracterización y distinción cuantitativa de las muestras, esta es usada en la identificación de ciertos grupos funcionales y alteraciones en la composición de estos, permite determinar propiedades ondulatorias de ciertos grupos en la muestra a analizar cualitativamente, la espectroscopia FT-IR puede identificar estructuras y componentes específicos al identificar bandas de absorción y compararlas con espectros estándar en una base de datos. (Silva & Medina, 2022)

Esta es útil para el análisis de materiales orgánicos, pero es capaz del estudio de materiales inorgánicos como hidróxidos. También es ampliamente utilizado para la caracterización de nanomateriales que tienen como base el carbono, de este modo brindando la oportunidad de estudiar las superficies de materiales usando la tipificación de los ligandos unidos a estos materiales, así como para haber una mejora en el proceso de funcionalización o modificación de la superficie del nanomaterial. (Silva & Medina, 2022)

## 2.2 **Referencias teóricas**

### 2.2.1 *Metales pesados*

Estos están conformados por grupos de elementos presentes en la tabla periódica, se pueden dividir en dos grupos: oligoelementos que son indispensables para la vida un ejemplo claro es el zinc, este tipo de elementos son necesarios en pequeñas cantidades para el buen funcionamiento del cuerpo humano, estos en cantidades mayores en el organismo pueden provocar enfermedades como el envenenamiento. El ingreso de metales pesados a los cuerpos de agua se puede atribuir tanto a fuentes naturales como otras. La contaminación natural es causada por la explotación de minerales que tienen estos compuestos en su composición, entre otras causas como explosiones volcánicas, se podría decir entonces que la contaminación de origen humano es provocada en mayor medida por los efluentes mineros, industriales y agrícolas, y en algunos casos de residuos domésticos. (Gordón, 2017, p.45)

Estos han provocado gran cantidad de perturbaciones en el medio ambiente y el bienestar de la salud. Entre los principales problemas asociados a estos se encuentra su estabilidad, ya que estos tienden a degradarse biológicamente o naturalmente esta característica crea otra desventaja: no es fácil de reducir, y el agua que se consume no se puede metabolizar, por lo tanto, cuando pasa el tiempo, llegan más minerales y su concentración es mejor en la naturaleza. Este proceso se llama

acumulación biológica, otra desventaja de estos contaminantes es el proceso biosintético. A medida que avanza la cadena alimentaria aumenta su concentración en los organismos, por lo que las capas superiores (incluido el humano) serán donde más se acumulen los minerales esto provoca un efecto citotóxico debido a la capacidad de unirse a moléculas orgánicas. Estos compuestos son muy dañinos para las células porque bloquean la función de las proteínas y pueden cambiar o alterar sus propiedades. (Gordón, 2017, p.46)

### **2.2.2 Grafeno**

El grafeno es un tipo de material compuesto exclusivamente de carbono con una estructura química similar al diamante, lo que difiere en su estructura es decir son isómeros. Debido a su disposición geométrica, este tiende a tener sobresalientes propiedades de manera que se ha convertido en un material sumamente solicitado gracias a su: elevada conductividad eléctrica, resistencia a la electricidad y su alta reactividad ya que este tiende a producir compuestos con muchas propiedades, capaces de alcanzar la estabilidad a temperaturas ambientales. (Mujal et al., 2020)

### **2.2.3 Óxido de grafeno (GO)**

Para el proceso de obtención del óxido de grafeno implica la introducción de los grupos funcionales capaces de oxidar estructuralmente el grafito usando diferentes tipos de compuestos capaces de reaccionar con este como el  $KMnO_4$  que actúan como oxidantes. El GO se ha usado junto con otros compuestos para fabricar varios sensores capaces de detectar Hg, se puede obtener: biosensores que utilizan oligodesoxirribonucleótidos y GO selectivo de metales de alta calidad, biosensores integrados basado en GO para una detección biológica rápida, conveniente y económica en muestras medio ambientales reales. (Gordón, 2017, p.67)

### **2.2.4 Método de Hummers**

Hummers logro desarrollar un nuevo proceso de oxidación, que es el más utilizado en la actualidad, y que hace reaccionar el grafito con una mezcla de permanganato de potasio  $KMnO_4$ , nitrato de sodio  $NaNO_3$  y  $H_2SO_4$  concentrado. Es un medio más oxidante que los anteriores, esto facilitara la posterior exfoliación o separación de las capas de GO resultantes. Los métodos utilizados hoy en día muestran algunas desviaciones de los métodos originales. Por ejemplo, en el método de Hummers, a veces se duplicaba la proporción de  $KMnO_4$  o se duplicaba

nuevamente una mezcla de  $H_2SO_4$  y ácido fosfórico ( $H_2SO_4/H_3PO_4$ , 9:1) para formar  $KMnO_4$ . (Menéndez & Blanco, 2014)

La mayoría de estas pocas modificaciones se realizaron para incrementar el grado de oxidación del grafito y por ende la hidrofilia de este, o para reducir la emisión de gases durante las reacciones. También se debe aclarar que el proceso de oxidación utilizado tiene un gran impacto en las propiedades estructurales tanto del óxido de grafito como del óxido de grafeno resultante. Actualmente, el modelo más aceptado involucra grupos epoxi, carbonilo e hidroxilo distribuidos aleatoriamente en el plano basal de las láminas de óxido de grafeno, y carboxilos y carbonilos en los bordes de las láminas. (Centeno & Pomasqui, 2022, pp. 102-105)

### **2.2.5 Reducción del óxido de Grafeno**

Los procesos de reducción (eliminación de grupos de oxígeno) y/o funcionalización pueden utilizarse para mejorar las propiedades físicas y químicas de GO. Los métodos utilizados para lograr estos resultados dependen del uso de GO, que se indicará. por ejemplo: el tratamiento químico del GO en la eliminación del azul de metileno, obteniendo grandes resultados, o dopaje con FeO sobre el óxido de grafeno para una adsorción eficaz del agua contaminada con arsénico. La adsorción de iones de diferentes metales sobre GO reducido con dio a conocer una gran capacidad de adsorción 10 veces superior a la máxima reportada en trabajos previos. (Núñez, 2020)

### **2.2.6 Síntesis**

Los tres métodos de síntesis de GO ampliamente utilizados, estos se basan en el principio similar de obtención, estos consisten en oxidar al grafito en tres etapas distintas; estos son los métodos de Brodie, Staudenmair y Hummer, el proceso de oxidación del grafito mediante las primeras dos parámetros, se lleva a cabo mediante reacciones químicas utilizando dos reactivos:  $KClO_3$  y  $HNO_3$  esenciales en el proceso de oxidación. En el segundo método, se añade clorato en varias ocasiones mientras dure la reacción química, en cambio, el tercer método es el más utilizado porque proporciona una alta uniformidad estructural y reduce el rango de rendimiento. Hummer utiliza dos tipos diferentes de compuestos en la reacción anterior,  $KMnO_4$  y  $H_2SO_4$ , el método de Hummer no produce contaminación por dióxido de carbono por lo que se ha optado este como el método más factible. (Núñez, 2020)

### **2.2.7 Propiedades**

El GO no es más que una lámina que contiene en su estructura carbono y otros grupos funcionales estructurados como panales, en comparación con el grafeno, es más delgada y no contiene grupos funcionales, por lo que es necesario eliminar todas las impurezas presentes, pero al mismo tiempo el tiempo mantiene la forma en que las formas de panal son agradables. El GO tiene propiedades excelentes, posee una gran conductividad eléctrica, que determina su composición química y estructural. En términos generales, la resistencia al cuadrado de la película de GO es superior, lo que significa que el material es un conductor de electricidad muy pobre, que es una propiedad conductora el GO posee propiedades únicas, como la luminiscencia propiedad indispensable en la creación de biosensores .(Núñez, 2020)

## CAPÍTULO III

### 3. MARCO METODOLÓGICO

#### 3.1 Enfoque de investigación

La clase de enfoque de investigación del presente proyecto es de tipo mixto ya que en este proyecto entre las características más significativas que posee resaltan la medición de fenómenos uso de la estadística para obtener un mayor entendimiento de los parámetros que se han obtenido ya que esto genera hipótesis que deben ser comprobadas para su posterior aceptación o anulación, pero a su vez posee características de enfoque cualitativo, como la amplitud interpretativa que posee al mismo tiempo es basado en algunas propiedades organolépticas como el color para determinar en qué fase o en que paso de la presente practica se encuentra también se trata de contextualizar los fenómenos presentes en la parte práctica de la investigación así como el porqué de algún fallo leve y significativo basándose en propiedades ya dichas anteriormente.

#### 3.2 Nivel de Investigación

Este proyecto de investigación comprende un nivel de investigación de tipo exploratoria ya que mediante este proyecto se pretende profundizar la capacidad que tiene el GOr y la zeolita en la remoción de mercurio de las aguas producto de la minería, este como todo tipo de proyecto de nivel experimental consta de un procedimiento adecuado producto de investigaciones anteriores, este proyecto también está dirigido para estar como una referencia a investigaciones posteriores referentes a temas similares que involucren la remoción de otros tipos de metales que contaminan los efluentes productos de actividad minera.

#### 3.3 Diseño de investigación.

El tipo de diseño de investigación optado para la implementación de este proyecto de investigación es basado en diferentes tipos de artículos científicos relacionados al removimiento de metales pesados y el uso del GOr como principal compuesto para la remoción de estos por ende se optó por dividir en fases el diseño de la experimentación

### **3.3.1 Fases del diseño de la experimentación.**

#### **3.3.1.1 Fase 1**

Se pesan 3gr de grafito en una balanza para posteriormente ser añadidos a un vaso de precipitación de 1000mL a continuación se mide en una probeta 70mL de ácido sulfúrico  $H_2SO_4$  para luego ser añadido al vaso de precipitación en el mismo, este tipo de proceso es realizado en condiciones de vigorosa agitación, por lo tanto, se usó un magneto y un agitador magnético para así obtener una agitación constante (Arias et al., 2020, p.15).

#### **3.3.1.2 Fase 2**

Lentamente se añade los 9gr de permanganato de potasio  $KMnO_4$ , se debe mantener a una temperatura constante de  $20^{\circ}C$  por lo que se incorpora hielo alrededor, es necesario utilizar un recipiente el cual deje pasar la temperatura, por ende, se utilizó un refractario para mantener constante a la temperatura la cual necesitamos (Arias et al., 2020, p.20)

#### **3.3.1.3 Fase 3**

Después de haber pasado 45 minutos, se traslada a un baño de aceite calentado a  $50^{\circ}C$  y se agita vigorosamente durante 30 minutos para controlar que la temperatura de la solución no supere los  $50^{\circ}C$ . (Arias et al., 2020, p.23)

#### **3.3.1.4 Fase 4**

Se añadieron gota a gota 150 mililitros de agua destilada durante 20 minutos y se elevó la temperatura a  $90^{\circ}C$ , que se iba a controlar durante 20 minutos, después se agregaron al reactor 500 mililitros de agua destilada y luego 15 mililitros de agua destilada. Se añadió peróxido de hidrógeno. Se colocan gota a gota durante el tiempo requerido, en este paso el color del reactor cambia de marrón oscuro a amarillo. Esta decoloración es óxido de grafito (Arias et al., 2020, p.22).

#### **3.3.1.5 Fase 5**

La solución de óxido de grafito se centrifugó a 3000 rpm durante 10 minutos, la parte precipitada se lavó una vez con solución de HCL 1:10 después esta debe ser lavada con agua ultra pura hasta

que el pH llegue a 6 para finalizar , la parte precipitada debe ser secada en un horno a 80 °C durante 24 horas(Arias et al., 2020, p.21).

#### 3.3.1.6 Fase 6

Para la preparación de GOr, usamos 25 mg de óxido de grafito en polvo y lo dispersamos en 250 mL de agua destilada, sonicamos durante 30 min y centrifugamos la solución a 1000 rpm durante 30 min para eliminar las partículas gruesas. y luego agregar gradualmente 500 mg de ácido ascórbico con agitación vigorosa. La solución se calienta a 92°C durante 1,5 horas y el precipitado se lava con agua destilada, para finalizar se sonicó a 3000 rpm durante 30 minutos y el material se secó a 80 °C durante 24 horas.

#### 3.3.1.7 Fase 7

La Facultad de Mecánica de la ESPOCH proporcionó la zeolita natural triturada y caracterizada mediante el proceso de XRD partiendo como base para este estudio posteriormente se mezclaron 2 gramos de zeolita10x con 1ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado y 25mL de óxido de grafeno. Los componentes se mezclaron en un matraz de ebullición y se sometieron a reflujo por 24 horas a una temperatura constante de 100°C la zeolita se lavó después de 24 horas con etanol absoluto, se centrifugo y se secó a 100°C (Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater, 2017)

#### 3.3.1.8 Fase 8

Se realizó la caracterización del material funcionalizado utilizando Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) de la Universidad Técnica de Ambato mediante cooperación interinstitucional para observar la estructura y tamaño de la partícula (Arias et al., 2020, p.18).

#### 3.3.1.9 Fase 9

Se realizó una prueba piloto mediante la cual se logró determinar la absorbancia del mercurio sobre el material utilizando el equipo de Absorción Atómica con Generador de Hidruros (Método de vapor frío 3500 Hg-Mercury). La solución madre se preparó a partir de una solución estándar de 1000 ppm de Hg se realizó 5 diluciones de concentración de 5- 10 -20 y 50 ppb, como reactivos de reducción se utilizó una solución de borohidruro al 0,6% disuelta en una solución de hidróxido

de sodio 0,5%, posteriormente se realizó la curva de calibración y se midió las muestras. (Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater, 2017)

### 3.3.1.10 Fase 10

Se determinó la cinética mediante la siguiente técnica ; en un balón de aforo de 200mL se realizó una disolución donde se agregó 1ppm de mercurio, esta disolución debe de tener un pH entre de 5 y 6 para lo cual se agregó una gota de  $Na(OH)$  (0,1M) para establecer las condiciones adecuadas. Se pesaron 0.3g de zeolita + GOXr y se agregaron a la disolución a una temperatura de 19 °C mediante una agitación continua para lo cual se usó un agitador magnético, se tomaron alícuotas mediante un tiempo determinado y fueron pasadas por un filtro para permitir facilidad eliminar partículas suspendidas, cada una de las muestras fue diluida, es decir se tomó 10ml de cada muestra y fue aforada hasta 100mL, se realizó el mismo proceso a las temperaturas de 25° C y 35°C (Arias et al., 2020, p.19).

### 3.3.1.11 Fase 11

Se determinó la cinética mediante los resultados obtenidos en el laboratorio a diferentes temperaturas, así mismo se logró determinar el la difusión de partícula y el tiempo de contacto para cada una de las temperaturas usadas en el proceso de adsorción (Arias et al., 2020, p.26).

### 3.3.2 Según la manipulación o no de la variable independiente (no experimental, casi experimental, experimental)

**Tabla 3-1:** Variables a tomadas durante el proceso de agitación y centrifugado

Variable independiente	Variable dependiente
Tiempo de agitación y centrifugado	Capacidad de adsorción del material

Realizado por: Torres, Derian, 2023.

**Tabla 3-2:** Proceso en la síntesis del óxido de grafeno

Numero de lavados	Rpm para el agitador	Rpm para la centrifuga	Tiempo de agitado	Tiempo de centrifugado
44	400 RPM	3000 RPM	5 MIN	10 MIN

Realizado por: Torres, Derian, 2023.

### 3.3.3 Según las intervenciones en el trabajo de campo (transversal, longitudinal)

El presente proyecto es un tipo de investigación transversal, ya que este es trabajado con las mismas variables en un periodo de tiempo anteriormente predefinido y las variables utilizadas no cambiaran a lo largo de la duración del mismo

### 3.4 Tipo de estudio (documental/de campo)

El tipo de estudio usado es de campo y este se ha realizado en los laboratorios de la ESPOCH, mediante la experimentación en todas las fases previas a la obtención oxido de grafeno permitiendo así el estudio y análisis de los resultados según las variables, también se puede añadir que también es de carácter documental debido a que se utilizó base de datos para el desarrollo de los procesos y análisis de datos.

### 3.5 Población y planificación, selección y cálculo de la muestra

Los materiales y la mayor parte de los reactivos fueron obtenidos de los laboratorios y bodegas de la ESPOCH facultad de ciencias y por parte del tutor a cargo.

**Tabla 3-3:** Reactivos y materiales para el proceso de obtención del GO

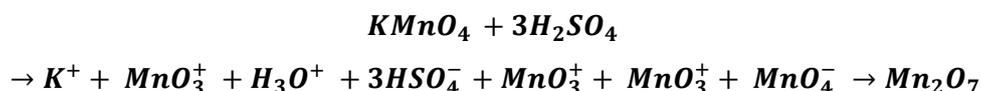
Reactivos	Materiales y equipos
Grafito	Agitador magnético con magneto
Ácido sulfúrico	Pipeta
Permanganato de potasio	Probeta
Agua ultra pura	Vaso de precipitación
Agua oxigenada	Refractario
Hidróxido de sodio	Refrigerante
Zeolita	Pinza
Etanol absoluto	Vaso de precipitación de 250ml
Estándar de mercurio	5 balones de aforo de 100ml
Boro hidrato de sodio	Matraz de ebullición
Aceite de cocina	Soporte universal

Realizado por: Torres, Derian, 2023.

### 3.1. Métodos, técnicas e instrumentos de investigación

- Esta fase trató de la oxidación de grafito a oxido de grafito usando como agente oxidante  $KMnO_4$  en  $H_2SO_4$  concentrado

- En este caso el agente oxidante es  $KMnO_4$  la especie tomada como reactiva es el (VII) ( $Mn_2O_7$ ). (Vergalito, 2019)



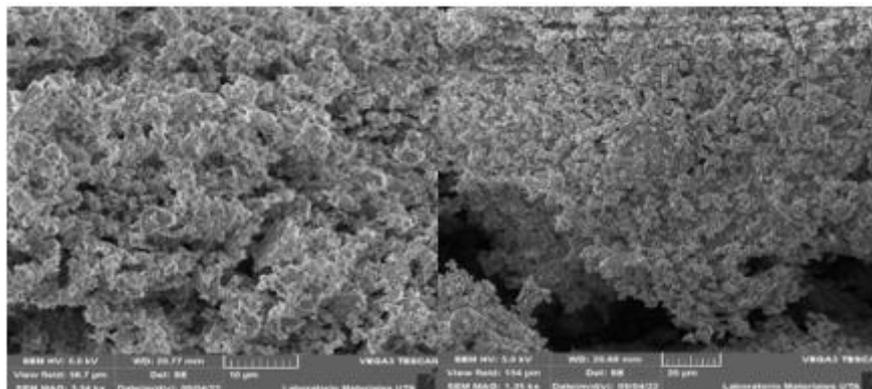
- Durante la reacción el  $Mn_2O_7$  reacciona con los enlaces dobles del carbono generando grupos epoxídicos e hidroxilo OH, esto al mismo tiempo que en los carbonos terminales de la molécula se conforman grupos carboxilos y carbonilos ( $C(O)OH$ ,  $C=O$ ). Estos aumentan el espacio intermolecular de las láminas de grafito produciendo separación entre ellas y reduciendo las fuerzas de van der Waals, que son las fuerzas que mantienen unidas las láminas. (Morillo, 2019)
- Esto se da mediante una reacción exotérmica, esta reacción es llevada a cabo a una temperatura constante de  $20^\circ C$  empleando un baño de hielo con agitación,
- Al final de la reacción se le agrega agua destilada aumentando la temperatura de reacción a  $90^\circ C$  durante 20 minutos. Se retiró la muestra y se agregó peróxido de hidrogeno  $H_2O_2$ , al 30%.
- El peróxido de hidrogeno  $H_2O_2$ , oxida el permanganato de potasio  $KMnO_4$  remanente que allá quedado sin reaccionar eliminándolo de la muestra.
- Cuando termina la reacción con el peróxido de hidrógeno, la solución se vuelve de color amarillo pálido. El siguiente paso es el lavado y la purificación, donde nuestro objetivo es eliminar el óxido de grafito de la solución y purificarlo. Recoja muestras y filtros de vacío para separar soluciones fijas (graffitóxidos). Cuando el pastel está separado por ácido clorhídrico para eliminar los residuos de metal que se pueden retener en el reactivo y luego usar agua destilada para neutralizar el pH, lo que resulta en neutralidad. (Morillo, 2019)
- Se vuelve a repetir el ciclo de lavado para asegurarse de eliminar toda la suciedad. El paso de purificación es crítico porque el óxido de grafito contaminado con sales de potasio es altamente inflamable y puede provocar un incendio. (Morillo, 2019)

## CAPÍTULO IV

### 4. MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN

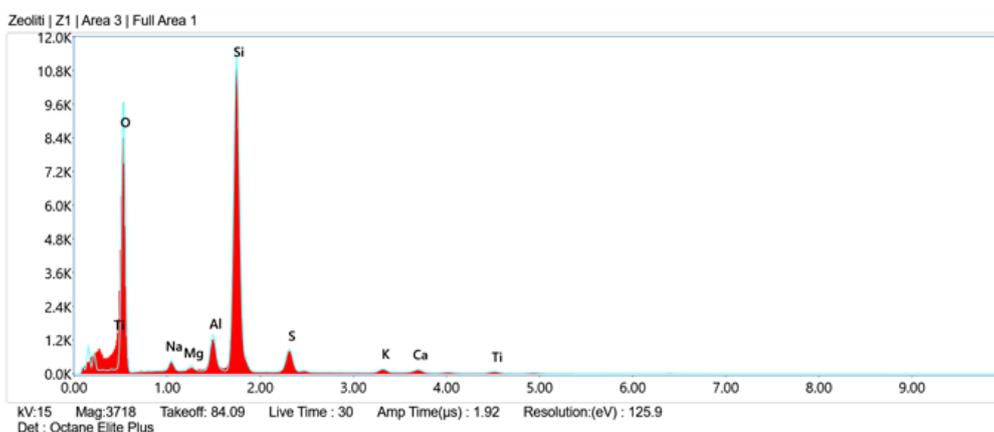
#### 4.1 Caracterización de la zeolita

##### 4.1.1 SEM +EDS zeolita



**Ilustración 4-1:** Zeolita a través del SEM

Realizado por: Torres, Derian, 2023.

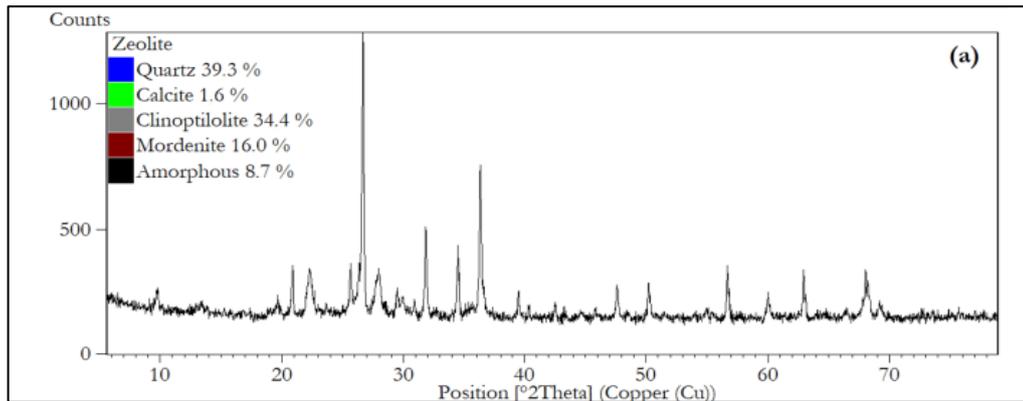


**Ilustración 4-2:** Grafica de espectroscopia de energía dispersiva de rayos X de SiO<sub>2</sub>

Realizado por: Torres Derian, 2023.

El análisis SEM evidencia partículas de una dimensión de 10µm los cuales se presentan solapados en una superficie homogénea y con la presencia de porosidades intermedias lo que es conveniente para los procesos de adsorción. La caracterización química de la zeolita por espectroscopia de energía dispersivas de rayos (EDS) presenta elementos característicos para una zeolita natural con valores de O 52.0% y Si 34.9% siendo los más representativos además presenta una distribución heterogénea de Na, Al, Ca en la superficie del material debido a que se utilizó muestras en polvo.

#### 4.1.2 XRD Zeolita

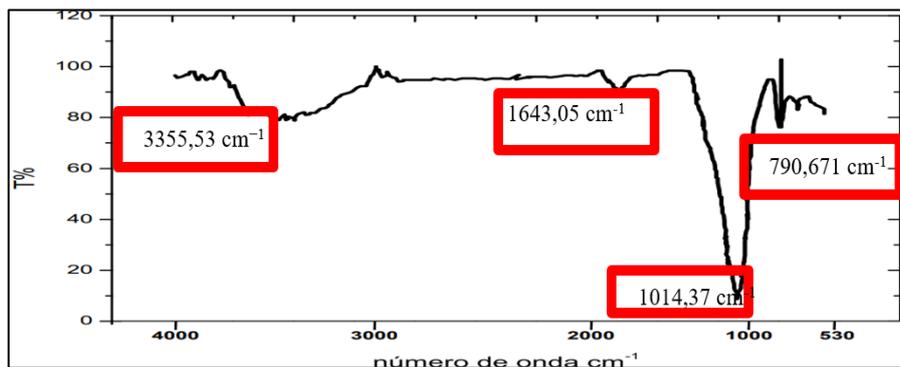


**Ilustración 4-3:** Grafica XRD de la zeolita.

Fuente: Según (Ulloa et al., 2022)

En los resultados obtenidos figura (figura 4-5), demuestran que existe fases cristalinas, especialmente de cuarzo en un porcentaje de (39.3 %), también se observó la presencia de clinoptilolita en un (34,4 %), mordenita (16 %) y un pequeño porcentaje de calcita (1,6 %), mediante el difracto grama se pudo comprobar entre las posiciones 20 y 40 ( $^{\circ}2\text{Theta}$ ) indica que existe material amorfo en un porcentaje pequeño de (8.7 %), de acuerdo a (Ulloa et al., 2022) en su trabajo de investigación respecto a Geo polímeros basados en zeolitas naturales como una alternativa de materiales de construcción.

#### 4.1.3 FT-IR Zeolita



**Ilustración 4-4:** Grafica FT- IR de la zeolita

Realizado por: Torres Derian, 2023.

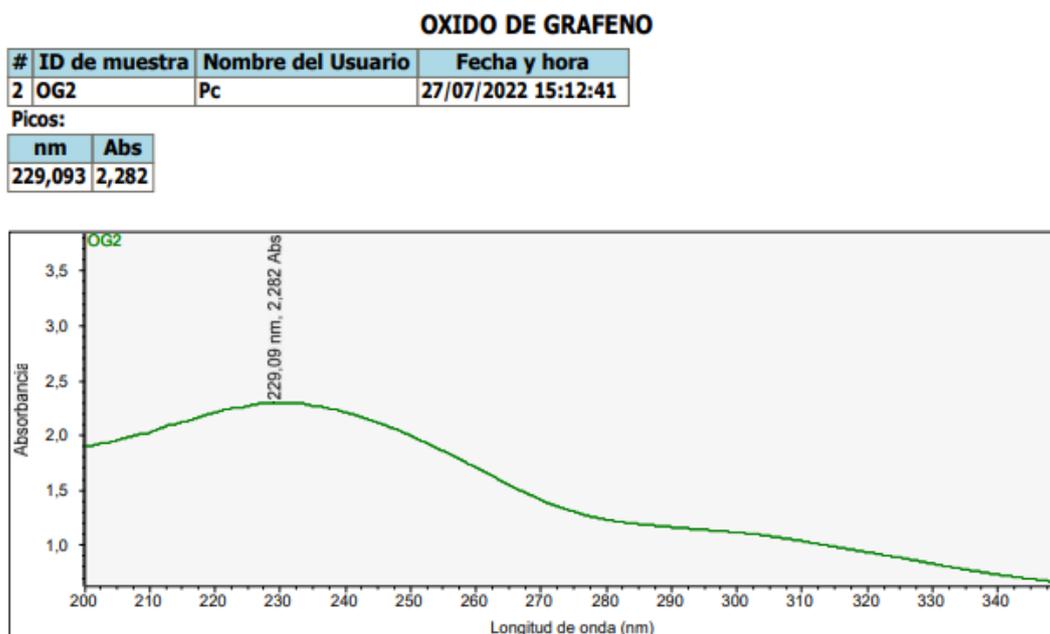
Mediante el análisis FT-IR se evidencio en la banda de la región  $3355,53\text{ cm}^{-1}$  está relacionada con la vibración y estiramiento del grupo OH esto comprende una fácil hidratación del material debido a las moléculas de OH presentes en la misma, La banda  $2776,99\text{ cm}^{-1}$  y  $1643,05\text{ cm}^{-1}$  están relacionadas a la vibración de flexión fuera del plano del enlace H-O, la banda ubicada a  $1014,37$

$\text{cm}^{-1}$  corresponde a las vibraciones de estiramiento asimétricos de los tetraedros internos  $\text{TO}_4$ . En la banda  $790,671 \text{ cm}^{-1}$  se asigna a vibraciones de estiramientos de los grupos O-Si-O (del  $\text{SiO}_4$ ), el espectro presenta una banda en  $694,248 \text{ cm}^{-1}$  asignada a las vibraciones de torsión de los enlaces Al-O-Si se asignan a la presencia de dobles anillos de tetraedros presentes en la estructura y a una vibración interna de los tetraedros T-O

## 4.2 Caracterización de GO

### 4.2.1 UV óxido de grafeno

El GO obtenido por el método de Hummer se caracterizó, a través de espectroscopia Uv visible debido a que el óxido de grafeno es capaz de absorber una luz de onda de  $229,09 \text{ nm}$ , por lo general el grafito no suele presentar bandas de absorción en el Uv- visible solo en el óxido de grafeno, este tipo de bandas de absorción se observan en la ilustración 5-4 , donde se aprecia una banda que se encuentra a  $229,09 \text{ nm}$  con  $2,282$  de absorbancia correspondiente a las transiciones de los enlaces  $\pi - \pi^*$  carbono - carbono C-C también se encontró otra banda debido de la transición  $n - \pi^*$  del enlace C = O aproximadamente a  $303 \text{ nm}$  debido a la presencia de grupos carboxílicos en el GO debido al incremento de la densidad electrónica en el plano basal, gracias a esto se puede afirmar que existe la formación de óxido de grafeno (Arias et al., 2020, p. 27).



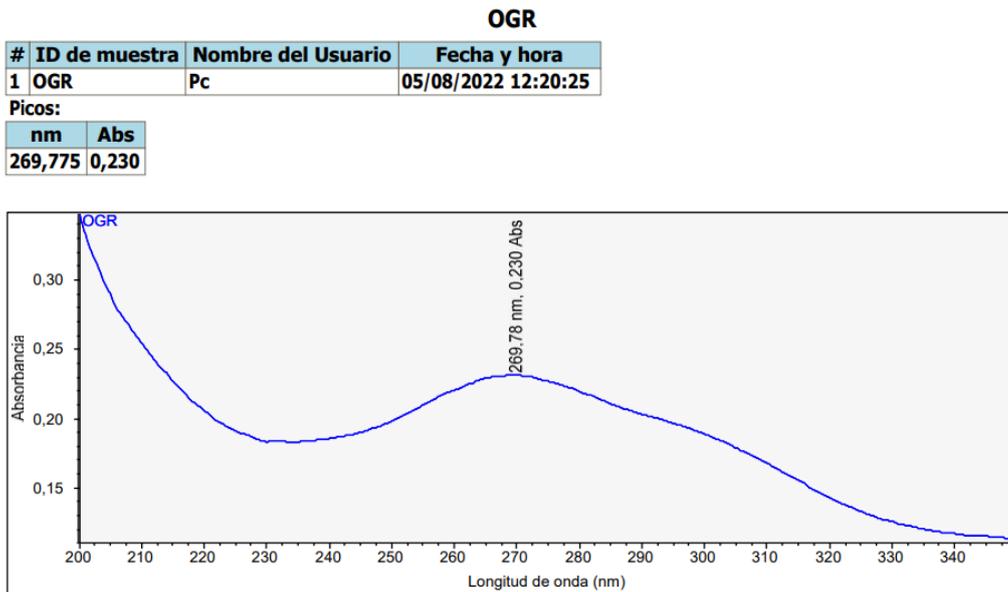
**Ilustración 4-5:** Caracterización del óxido de grafeno

Realizado por: Torres, Derian, 2023.

### 4.3 Caracterización de GOr

#### 4.3.1 UV GOr

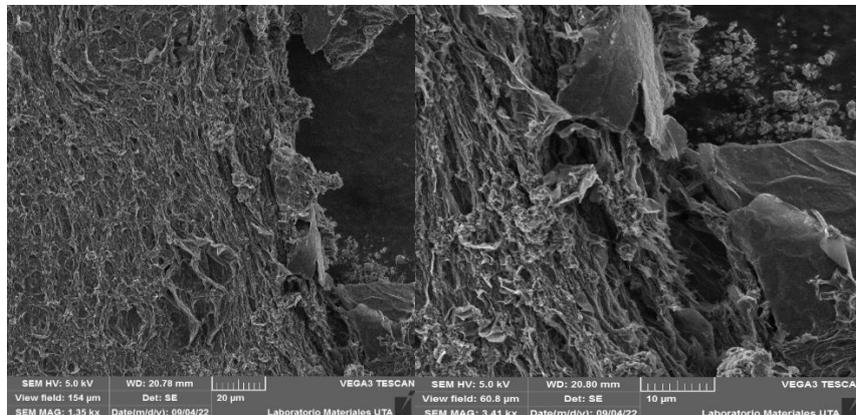
Para llevar a cabo la transición de GO a óxido de GOr, se realizó una reducción del oxígeno, el GOr obtenido se caracterizó por Uv-vis al identificar un pico a los 269.78 nm y 0,230 de absorbancia esto debido a las transiciones de los enlaces  $\pi - \pi$  \* carbono C-C la señal demuestra que el pico principal observado en la ilustración 6-4 cambia hacia el batocrómico lo que sugiere una recuperación de la conjugación electrónica del grafeno (Arias et al., 2020, p.14).



**Ilustración 4-6:** Caracterización del óxido de grafeno reducido

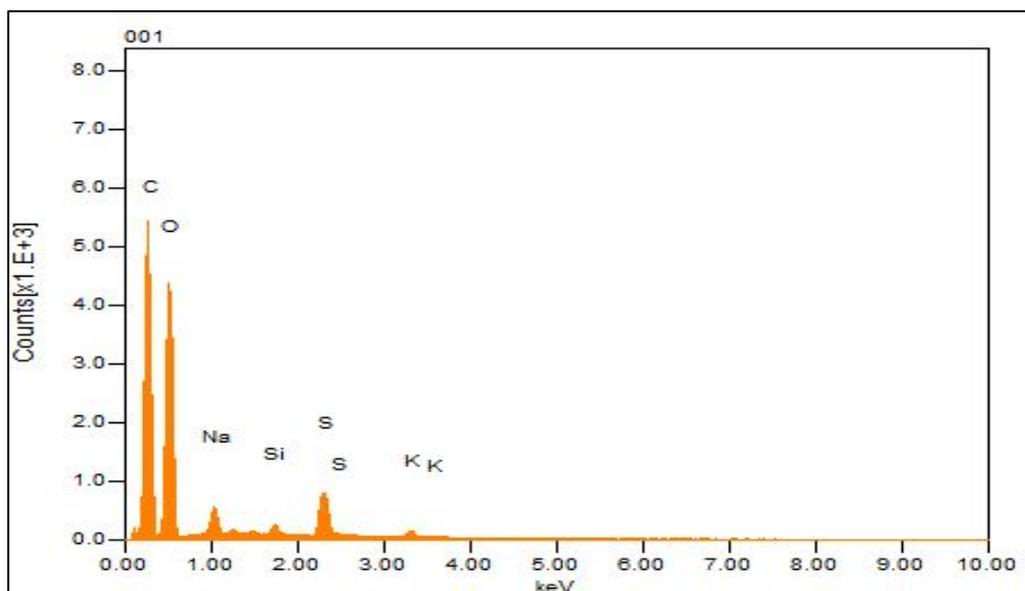
Realizado por: Torres, Derian, 2023.

#### 4.3.2 SEM y EDS



**Ilustración 4-7:** Gráfica SEM del óxido de grafeno reducido

Realizado por: Torres, Derian, 2023.



**Ilustración 4-8:** Grafica de espectroscopia de energía dispersiva de rayos X del GOr

Realizado por: Torres, Derian, 2023.

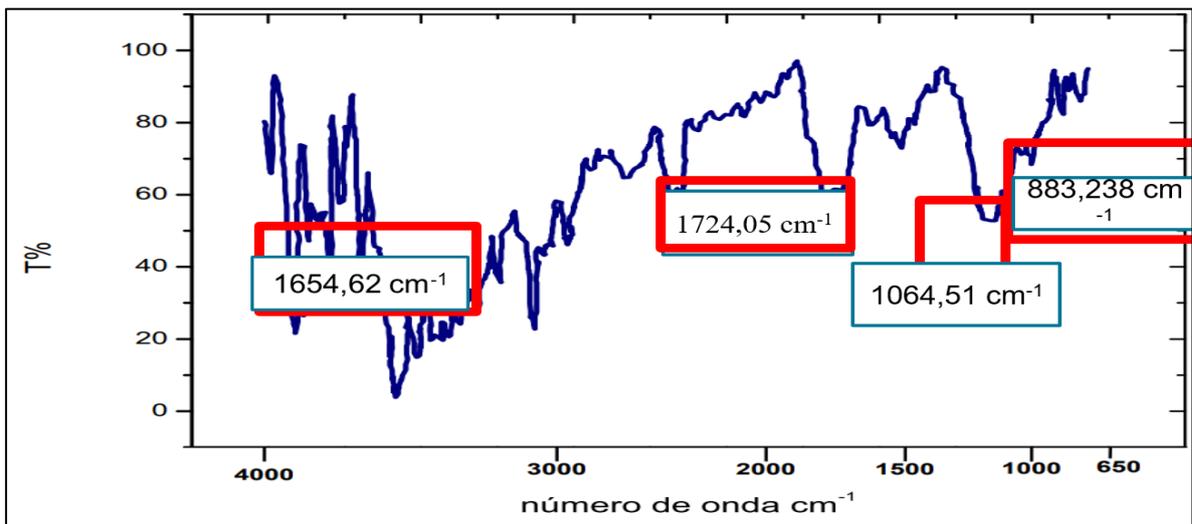
Se identificó mediante un SEM la morfología del óxido de grafeno reducido y las láminas que estas forman, a través de un SEM se pudo observar la superficie a 20  $\mu\text{m}$  y 10  $\mu\text{m}$  teniendo un tipo de morfología un poco irregular debido a que se analizó polvo de GOr, este tipo de estructura tiene menor definición laminar, durante la transformación a óxido de grafeno reducido existe un cambio debido al uso de la sónica ya que se rompe la estructura del GO para obtener láminas de GOr. Estas presentan mayores interacciones de fuerzas de Van der Waals entre las láminas conjuntas y la distancia interlaminar está determinada por los de grupos funcionales presentes en estas. (Colom et al., 2020, p.591) La caracterización del GOr por espectroscopia de energía dispersiva de rayos (EDS), se demostró según los datos que el material posee 73.0 % de C y 21.4% de O porcentajes característicos de compuestos en base de carbono. (Arias et al., 2020, p.35)

### 4.3.3 FT-IR de GOr

La figura muestra el espectro infrarrojo del GOr observado en la banda de adsorción a  $2919,7\text{ cm}^{-1}$ , que está determinado por las vibraciones de estiramiento de los grupos OH hidroxilo en el grafeno. Los picos en  $2873,42\text{ cm}^{-1}$ ,  $2345,02\text{ cm}^{-1}$  y  $2306,45\text{ cm}^{-1}$  corresponden a las vibraciones de estiramiento simétricas y anti simétricas del CH-carbonilo. Esto se debe a la banda de absorción correspondiente al grupo hidroxilo C-O, que es de aproximadamente  $1064.51\text{ cm}^{-1}$  de la misma manera. Según las observaciones, el máximo se reduce, lo que significa que el grupo de oxígeno funcional reduce la formación de oxígeno de grafeno. Estas bandas indican que el óxido

de grafeno se reduce de manera favorable, lo que a su vez se correlaciona con los picos característicos. (Arias et al., 2020, p.34)

Las mediciones revelaron la presencia de varios grupos funcionales de oxígeno por medio del FT-IR, que demuestran grupos funcionales característicos: C-O a  $1064,51\text{ cm}^{-1}$ , C=O a  $1654,62\text{ cm}^{-1}$ . En  $1724,05\text{ cm}^{-1}$  presenta grupos aldehído R-CH=O debido al estiramiento del grupo carbonilo C=O, a  $883,238\text{ cm}^{-1}$  se observa la presencia del grupo alqueno RR'C=CH<sub>2</sub> debido al grupo funcional =C-H. Estas bandas indican que el óxido de grafeno se reduce de manera favorable, lo que a su vez se correlaciona con los picos característicos (Arias et al., 2020, p.34).

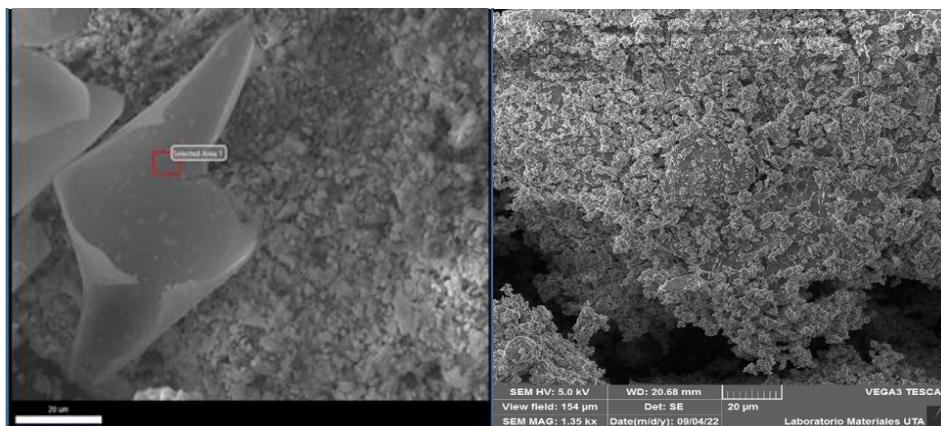


**Ilustración 4-9:** Grafica FT- IR en la síntesis de óxido de grafeno reducido

Realizado por: Torres, Derian, 2023.

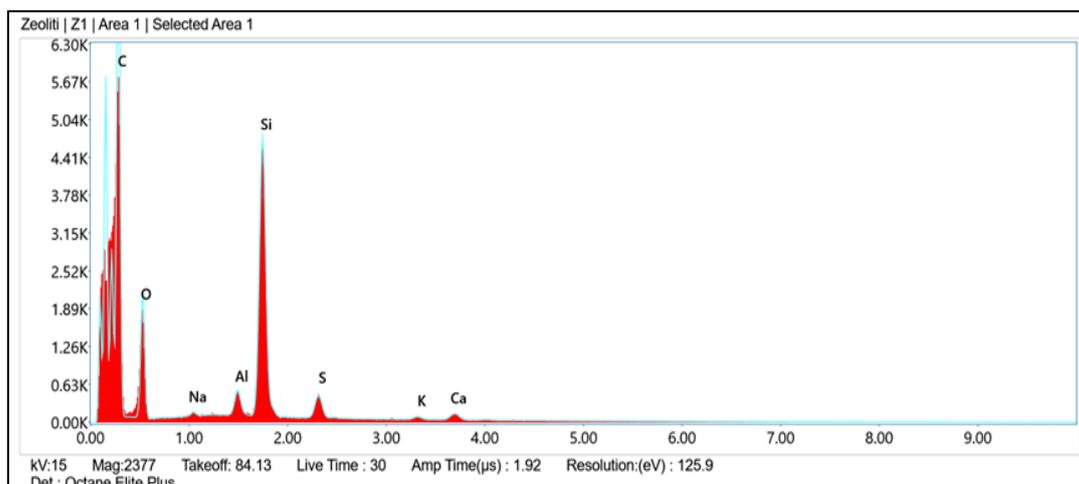
#### 4.4 Caracterización de ZGOr

##### 4.4.1 SEM y EDS de ZGOr



**Ilustración 4-10:** Gráfica SEM y EDS del ZGOr

Realizado por: Torres, Derian, 2023.

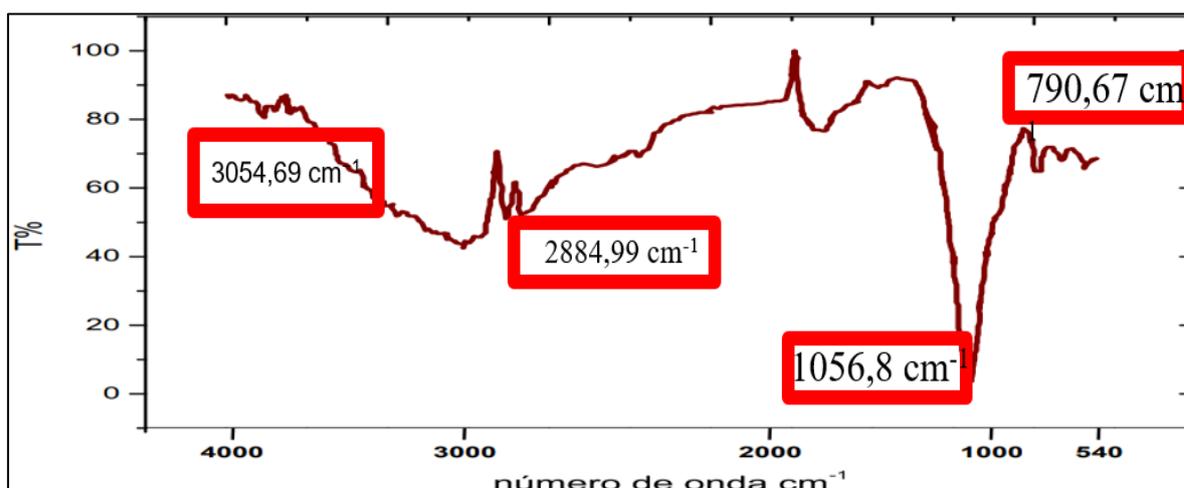


**Ilustración 4-11:** Grafica de espectroscopia de energía dispersiva de rayos X del ZGOr

Realizado por: Torres, Derian, 2022.

Mediante un SEM se observó mediante la microscopia de barrido las estructuras cristalinas de la zeolita recubierta con el GOr, y la estructura porosa que caracteriza a la está a través de una gráfica de 10  $\mu\text{m}$  y 20  $\mu\text{m}$ . (Arias et al., 2020, p.35). Según los análisis realizados en el detector de espectroscopia de energía dispersivas de rayos (EDS), se pudo observar por medio de los picos presentes en la gráfica la presencia de C 75.6% , O 14.5% y Si 7.4% además de otros presentes , lo que nos indica que estas son las señales características de que el compuesto analizado es zeolita funcionalizada con oxido de grafeno (Colom et al., 2020, p.591)

#### 4.4.2 FT-IR de ZGOr



**Ilustración 4-12:** Grafica FT-IR de ZGOr

Realizado por: Torres, Derian, 2023.

Mediante la espectrometría FT-IR se determinó una banda de 3054,69 cm<sup>-1</sup> debido a la presencia de los grupos OH presentes tanto en la zeolita como en el GOr debido a las vibraciones de estiramiento de los grupos OH, se pudo observar un pico de 2884,99 cm<sup>-1</sup>, 2827,13 cm<sup>-1</sup> y 2360,44 cm<sup>-1</sup> están relacionadas a la vibración fuera del plano del enlace H-O y a las vibraciones de estiramiento simétricas y anti simétricas del CH-carbonilo. Con respecto a la sección 4.1 se ha notado los picos a 1631,48 cm<sup>-1</sup> presenta la flexión del enlace OH, el grupo funcional asociado con un pico de alrededor de 1419 cm<sup>-1</sup> en el espectro de óxido de grafeno reducido (GOr) generalmente se atribuye a la vibración de flexión del CH<sub>2</sub>, a 1056,8 cm<sup>-1</sup> estas dada por las vibraciones de estiramiento asimétricos de los tetraedros internos de la zeolita y a su vez corresponde con la reducción del oxígeno, a 790,67 cm<sup>-1</sup> existen vibraciones de estiramientos de los grupos O-Si-O, a 696,534 cm<sup>-1</sup> y 590,11 cm<sup>-1</sup> las vibraciones de torsión de los enlaces Al-O-Si se asignan a la presencia de dobles anillos de tetraedros presentes en la estructura (Arias et al., 2020, p.35)

## 4.5 Cinética de absorción

### 4.5.1 Cinética para pseudo primer y segundo orden

Se utilizaron modelos de pseudo-primer orden y pseudo-segundo orden para evaluar cada uno de los datos experimentales obtenidos. Una ecuación de cuasi primer orden es una ecuación de primer orden para la adsorción en sistemas líquidos basada en la capacidad de adsorción (Castro et al., 2013, p. 60)

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1(q_e - q_t) \quad (1-4)$$

k<sub>1</sub>: Constante de pseudo-primer orden

q<sub>e</sub>: capacidades de adsorción en un sistema en equilibrio

q<sub>t</sub>: capacidades de adsorción para un tiempo determinado.

Los valores para la constante k<sub>1</sub> y q<sub>e</sub> se obtuvieron de la forma lineal de la ecuación de pseudo primer orden para la pendiente y el intercepto, respectivamente, que se utilizó para realizar un análisis cinético de los datos obtenidos de acuerdo con(Castro et al., 2013, p.80)

$$\log(q_e - q_t) = \log(q_e) - \frac{k_1}{2,303} t \quad (2-4)$$

En el proceso de adsorción de pseudo primer orden, la masa se transfiere de la masa de la solución a la superficie de adsorción.

La ecuación de pseudo segundo orden o ecuación cinética de adsorción química se puede expresar como:

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2 \quad (3-4)$$

$k_2$ : Constante de pseudo-segundo orden

$K_2$  es obtenida a partir de la ecuación de pseudo-segundo orden linealizada:

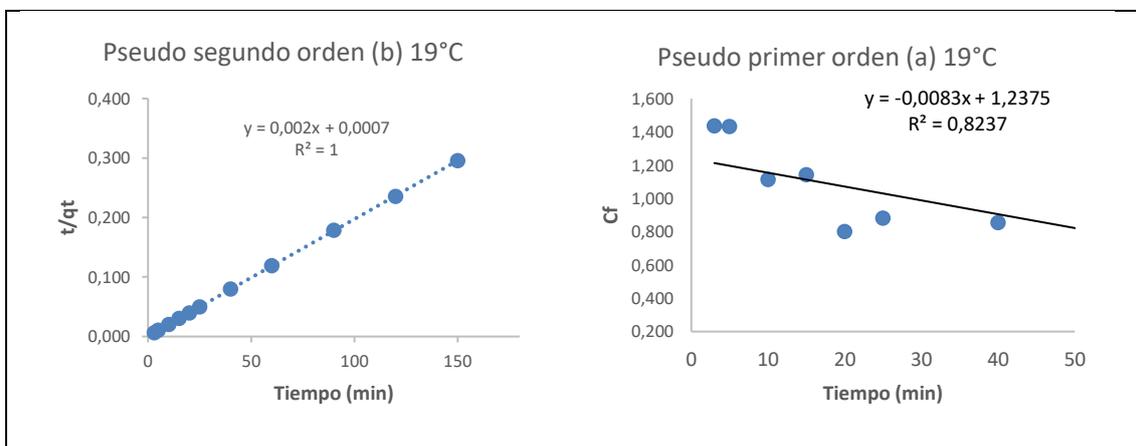
$$\frac{t}{q_1} = \frac{k_1}{k_2 q_e^2} t + \frac{t}{q_e} t \quad (4-4)$$

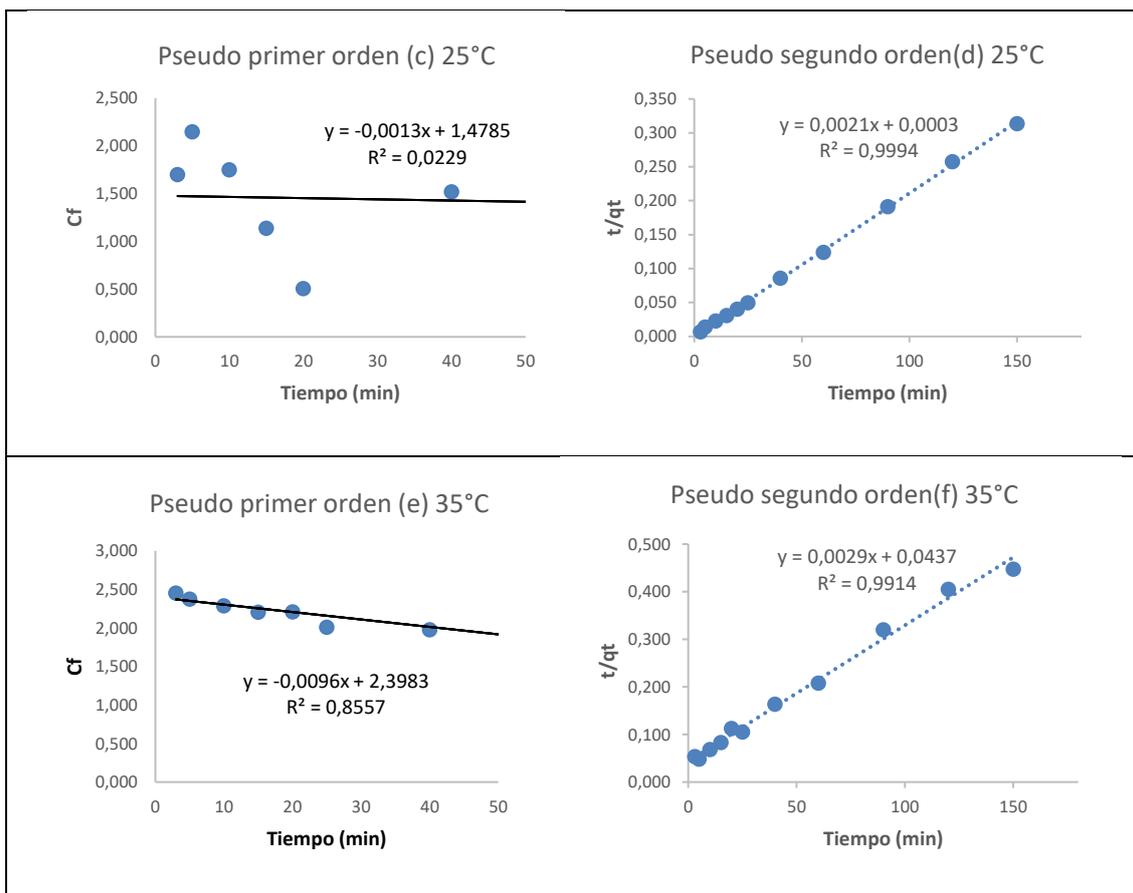
Esta es la medida responsable de describir la captación de soluto y está determinada por el tiempo de contacto de la reacción de adsorción. Para calcular la cinética de adsorción, se debe calcular su capacidad máxima de adsorción. (Rodríguez, 2021)

**Tabla 4-1:** Datos de adsorción a 19°C , 25°C y 35°C pruebas estacionarias

# Muestras	Tiempo (min)	(Cf) a 19°C	(Cf) a 25°C	(Cf) a 35°C
1	3	78	128	716
2	5	78	263	645
3	10	56	137	581
4	15	58	74	531
5	20	46	58	535
6	25	48	47	445
7	40	48	103	433
8	60	43	74	367
9	90	45	94	378
10	120	37	101	356
11	150	39	82	297
12	180	37	53	291

Realizado por: Torres, Derian, 2023





**Ilustración 4-13:** Regresión de pseudo primer orden(a,c,e) y pseudo segundo orden (b,d,f) a 19, 25 y 35°C

**Realizado por:** Torres, Derian, 2023.

Los valores de la tabla 4-13 fueron utilizados para el ajuste lineal de los modelos cinéticos de pseudo primer y pseudo segundo orden, se observa en la ilustración 13-4 que los ajustes lineales de pseudo primer orden los datos no demuestran una adecuada correlación en todas las temperaturas teniendo valores de  $R^2$  0,8235 a 19°C y 0,8557 a 35°C (tabla 2-4) presentando valores residuales elevados frente a la pendiente, cabe notar que a 25°C los datos de  $R^2$  son extremadamente bajos lo que demuestra una correlación nula entre los datos por lo que la cinética de adsorción no se ajusta a un comportamiento de pseudo primer orden en todos los diferentes ensayos.

Los valores cinéticos determinados mediante la linealización de la ecuación ( 3-4) de pseudo segundo orden tabla 2-4 presentan valores de  $R^2$  de 0.9999 a 19°C , 0.9994 a 25°C y 0.9914 a 35°C indicando que existe una correlación entre los datos y la pendiente como se puede observar claramente en la ilustración 13-4, los valores de  $q_e$  calculados son cercanos a los valores de  $q_e$  experimentales observándose una variación a 19°C de 1,69% a 25°C de 4.37% a 25°C y 1.67% a 35°C siendo no superior al 5% los valores calculados de capacidad máxima de adsorción van en un rango de 344 a 500 mg/g de Hg en ZGOr la capacidad obtenida es superior al compararlos con

otros tipos de materiales como los GSH-NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/GO con una q<sub>e</sub> de 272 mg/g , Fe<sub>1-x</sub>S NP/C microspheres con 104 mg/g (Tene et al., 2022) los cuales presentan una funcionalización con GO. Además, los valores obtenidos nos indican que la temperatura influye inversamente con la capacidad de adsorción observando que a 19°C presenta el mayor valor de q<sub>e</sub> (500 mg/g) y a 35°C el menor valor (344 mg/g). De acuerdo a los datos obtenidos podemos afirmar que la cinética de adsorción del ZGO<sub>r</sub> presenta un comportamiento de pseudo segundo orden en todas las temperaturas de ensayo lo que indica que su proceso de adsorción es controlado por la interacción química o quimisorción.

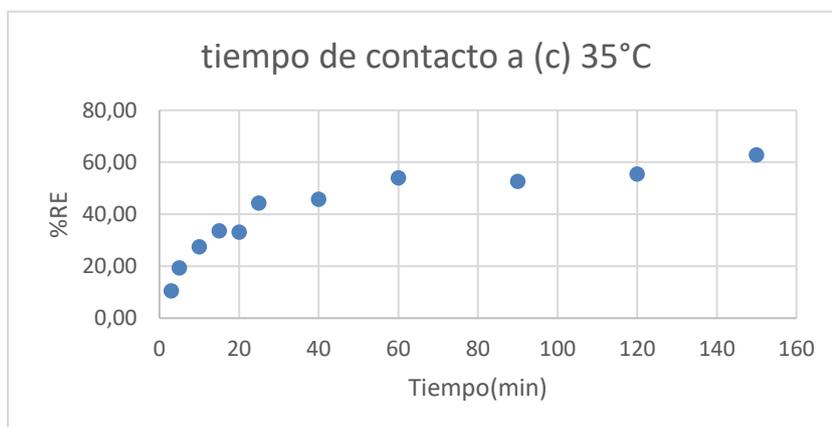
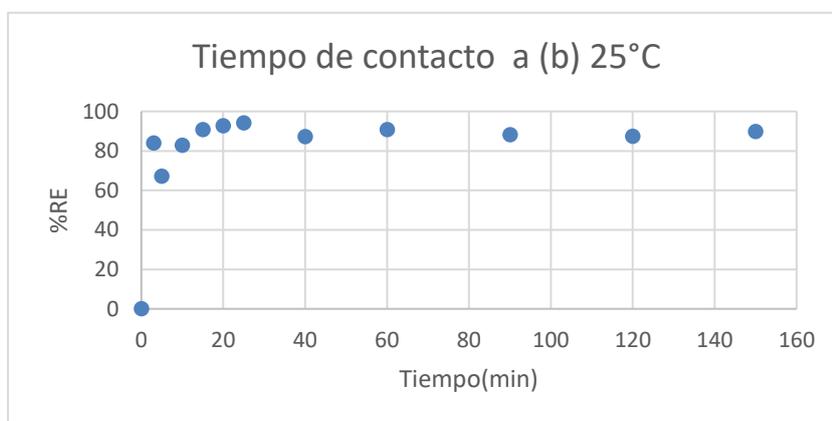
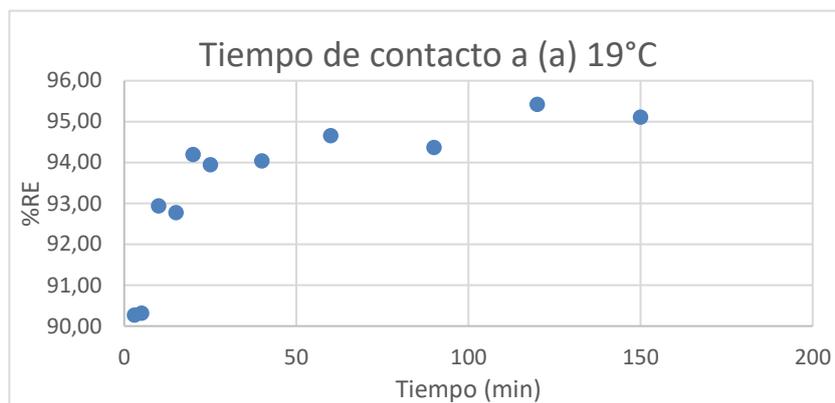
**Tabla 4-2:**Parámetros de modelo cinético pseudo primer orden y pseudo segundo orden

Parámetros	Temperatura		
	19°C	25°C	35°C
<b>Experimental</b>			
q <sub>e</sub> (exp) (mg g <sup>-1</sup> )	508	497	339
<b>Modelo de pseudo-primer orden</b>			
Log(q <sub>e</sub> )	17,278	30,095	250,207
k <sub>1</sub> (min <sup>-1</sup> )	0,019	0,003	0,022
R <sup>2</sup>	0,824	0,023	0,8557
<b>Modelo de pseudo-segundo orden</b>			
q <sub>e</sub> (cal) (mg g <sup>-1</sup> )	500	476	344
k <sub>2</sub> (g mg <sup>-1</sup> min <sup>-1</sup> )	0,09841	0,01470	0,00019
R <sup>2</sup>	0,9999	0,9994	0,9914

Realizado por: Torres, Derian, 2023

#### 4.5.2 *Tiempo de contacto*

Mediante el tiempo de contacto se determinó que a los tiempos de 90 min (a) 60 min (b) y 90 min (c) a 19°C, 25°C 35°C respectivamente se saturaron todos los sitios activos del material en ese instante la adsorción de mercurio se comportó de una manera más lenta hasta alcanzar el equilibrio obteniendo un porcentaje de remoción constante como se observa en la ilustración 14-4. El tiempo de contacto es un factor importante para determinar el tiempo necesario que el material debe permanecer en contacto con los iones para alcanzar su máxima capacidad de adsorción.



**Ilustración 4-14:** Graficas de tiempo de contacto a 19°C, 25°C y 35°C

Realizado por: Torres, Derian, 2023.

#### 4.5.3 Difusión de partículas

La difusión de partícula (iones) sobre el material adsorbente fueron basados en el modelo de difusión intrapartícula (ecuación 5-4), en esta ecuación se comprende como el soluto se difunde

en un material adsorbente sobre las diferentes regiones en el sistema de adsorción para lo cual se determinó el factor Ri que se puede calcular de la siguiente manera (Arias et al., 2020):

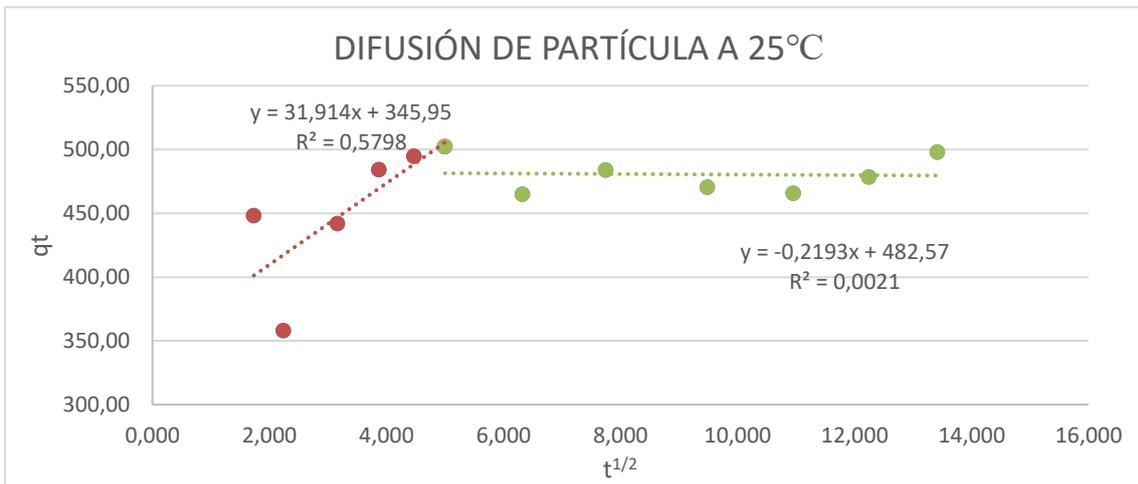
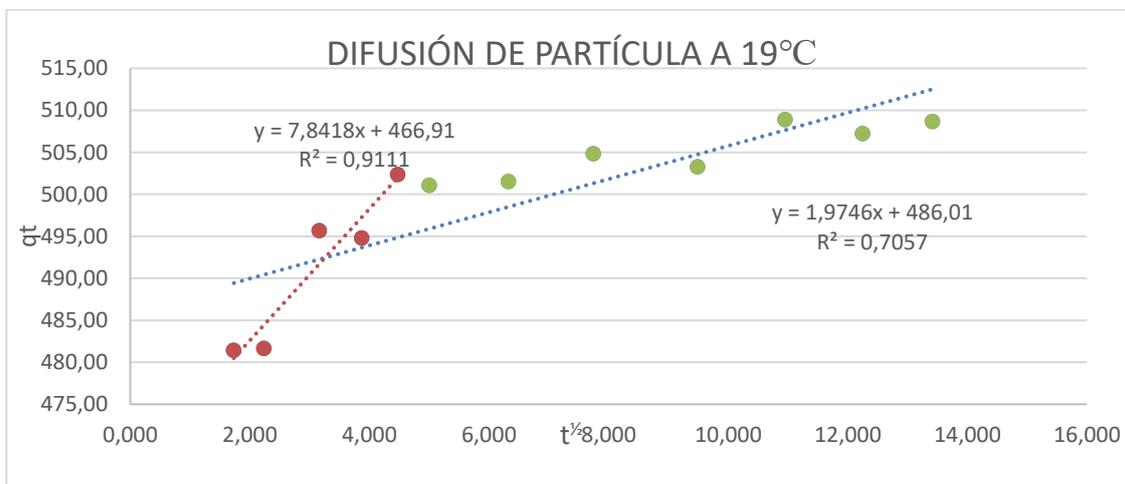
**Donde:**

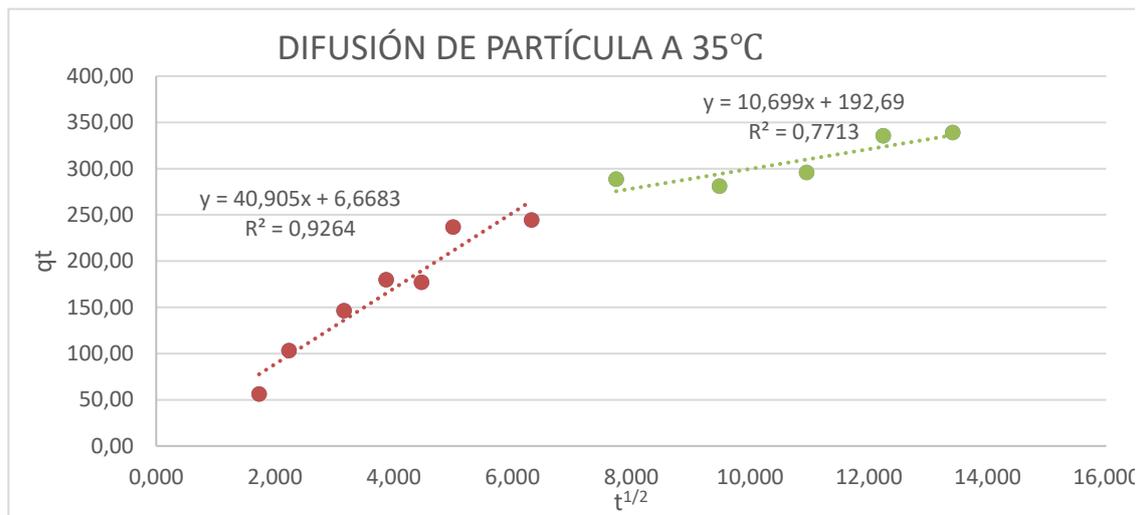
$$q_t = k_p t^{\frac{1}{2}} + C \quad (5-4)$$

$$R_i = \frac{q_{ref} - C}{q_{ref}} \quad (6-4)$$

qe: Es la capacidad de adsorción

C: Es el intercepto en la grafica





**Ilustración 4-15:** Difusión de partícula a 19°C, 25°C y 35°C

**Realizado por:** Torres, Derian, 2023

En la ilustración 15-4 se pueden distinguir graficas de  $q_t$  vs  $t^{1/2}$  en donde  $q_t$  representa la capacidad de adsorción en cualquier instante y  $t^{1/2}$  la raíz cuadrada del tiempo, existe una multilinealidad en este tipo de gráfica, ya que el proceso de remoción de metales presenta tres etapas de difusión en el material; en la primera etapa se observa una adsorción de la superficie externa del material o una adsorción instantánea, en el segundo paso existe una adsorción gradual donde la difusión intrapartícula es controlada y en el tercer paso existe una adsorción donde el ión se mueve desde los poros más grandes a los más pequeños presentando una adsorción lenta para alcanzar el equilibrio. (Wu et al., 2009)

De acuerdo al análisis gráfico se observó que existe los dos primeros pasos de difusión intrapartícula en todos los ensayos a diferentes temperaturas determinado los parámetros de difusión mediante la ecuación (5-4) donde se obtuvo los valores de  $R_i$  (factor de adsorción inicial) y  $K_p$  ( constante de IPD) ver tabla 4-3 , para la temperatura de 19°C los valores de  $R_i$  calculado son inferiores a 0,5 este indicara que la cinética de adsorción tiene un intenso grado de adsorción en el área superficial, es decir que la mayor parte de la adsorción ocurre en la superficie del ZGOr Según (Wu et al., 2009) el valor del cociente entre  $C/q_{ref}$  es de 0,92 esto indica que el proceso de adsorción se da en su gran mayoría en el primer paso de la difusión de adsorción , y que se acercó completamente a la adsorción inicial a la temperatura de 19°C , para valores  $0,5 > R_i > 0,1$  donde el punto inicial de la curva cinética está dada por  $0,5 < C/q_{ref}$  obteniendo el valor de 0,70 se determinó que existe una fuerte adsorción inicial a 25°C , para valores de  $1 > R_i > 0,9$  donde el punto inicial de la curva cinética está dada por  $0 < C/q_{ref} < 0,1$  se obtuvo el valor de 0,02 tomando en cuenta el valor obtenido indica que existe una adsorción inicial débil a 35°C.

**Tabla 4-3:** Modelo cinético IPD de pseudo primer orden y pseudo segundo orden

Parámetros	Temperatura		
	19°C	25°C	35°C
IPD model			
Ri	0,08	0,31	0,98
kp (mg g <sup>-1</sup> min <sup>-1/2</sup> )	7,84	31,91	40,91
C (mg g <sup>-1</sup> )	466,91	345,95	6,66
R2	0,91	0,58	0,93
C/qref	0,92	0,72	0,02

**Realizado por:** Torres Derian, 2023

## CAPITULO VI

### CONCLUSIONES

- Se sintetizó y caracterizó composites de zeolita con óxido de grafeno reducido para la remoción de metales pesados como respuesta a la contaminación de los efluentes mineros, de manera que se pudo comprobar la capacidad de adsorción de este compuesto, así como la realización de cada una de las respectivas pruebas espectro fotográficas, de la forma que se comprobó la absorción de mercurio presente en el agua usando los respectivos métodos analíticos demostrados bibliográficamente.
- Se caracterizó tanto física como químicamente la zeolita natural mediante métodos espectroscópicos SEM y EDS observando características propias de zeolitas naturales como una superficie porosa y una composición química de oxígeno y silicio.
- Se sintetizó óxido de grafeno reducido mediante la reducción con ácido ascórbico y posterior sonicación del óxido de grafeno obtenido mediante el método de Hummers, el material fue caracterizado por métodos espectroscópicos (UV, EDS y SEM) presentando bandas de adsorción características del GOr (269 nm) en el espectro Uv, una composición química de carbono cerca del 73% y 20% de oxígeno y una estructura rugosa de tipo laminar característica del GOr.
- Se funcionalizó zeolita con óxido de grafeno reducido mediante reflujo con ácido sulfúrico y se caracterizó por métodos espectroscópicos el resultado de su caracterización el cual demostró que se obtuvo un resultado satisfactorio ya que el GOr se impregno correctamente en la zeolita de acuerdo a los resultados obtenidos por SEM, EDS y FTIR este nuevo material adsorbente presenta una morfología característica de un composito de nanomaterial.
- Se determinó la capacidad de adsorción de ZGOr frente al Hg presente en agua por métodos de Batch obteniendo por modelos matemáticos una capacidad de adsorción aproximada de XXX mg/g a 19°C este valor de adsorci{on se vió afectado por la temperatura disminuyendo su capacidad al aumentarla a 35°C y tener un valor de q= xxx mg/g.

## RECOMENDACIONES

- Lavar muy bien los materiales usados del laboratorio ya que podrían contaminar las muestras y alterar así algunos parámetros al mismo tiempo podrían contaminar los compuestos con los que se encuentra trabajando
- Medir con absoluta precisión y seguir los pasos establecidos por el tutor o algún método analítico para así no tener fallas en los cálculos siguientes
- Filtrar muy bien las muestras, ya que se trabaja con aparatos de suma sensibilidad y cualquier sustancia no deseada podría alterar los parámetros de los equipos y al mismo tiempo dañarlos
- Mantener el mínimo ruido mientras se realizan lo análisis de FT-IR ya que estos tienden a ser muy sensibles al sonido
- Interpretar cada uno de los datos obtenidos basándose en artículos científicos y tesis de poca antigüedad
- El equipo debe ser esterilizado para su posterior uso ya que las impurezas u otros materiales de índole desconocida podrían alterar los resultados que se desean obtener.

## **BIBLIOGRAFÍA**

**ARIAS, F., BENEDUCI, A., CHIDICHIMO, F., FURIA, E., & STRAFACE, S.** Study of the adsorption of mercury (II) on lignocellulosic materials under static and dynamic conditions. *Chemosphere*, [en línea], 2017. 180, pp. 11-35. [Consulta: 24 de febrero de 2023]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2017.03.137>

**ARIAS, F., GUEVARA, M., TENE, T., ANGAMARCA, P., MOLINA, R., VALAREZO, A., SALGUERO, O., VACACELA GOMEZ, C., ARIAS, M., & CAPUTI, L. S.** (2020). The Adsorption of Methylene Blue on Eco-Friendly Reduced Graphene Oxide. *Nanomaterials* (Basel, Switzerland), [en línea], 10(4), pp. 15-40. [Consulta: 24 de febrero de 2023]. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/nano10040681>

**CARPIO, H., VILLAVICENCIO, B., CRUZ, M., LEYVA, A., & FAJARDO, S.** Intercambio iónico. [En línea]. 2015. pp. 89-106. [Consulta: 24 de febrero de 2023]. [Consulta: 24 de octubre de 2022] disponible en: <https://es.scribd.com/document/461025237/2015-Carpio-GEO12-P7>

**CASTRO, S., CERDA, R., BETANCO, N., CANELO, F., LÓPEZ, X., GARCÍA, A., & BENAVENTE, M.** Estudio del equilibrio y cinética de adsorción de Cd(II), Ni(II) y Cr(VI) usando Quitosano y Quitosano modificado con cobre. *Nexo Revista Científica*, [En línea], 2013, 26(2), pp. 56-68. [Consulta: 28 de febrero de 2023] Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=4914557>

**CENTENO, C., & POMASQUI, S.** Adsorción de azul de metileno en solución usando zeolita natural impregnada con OG y OGr. [En línea], 2022. pp. 101-106. Disponible en: <http://dspace.esPOCH.edu.ec/handle/123456789/17575>

**COLOM, X., CAÑAVATE, J., LIS, M. J., SANJUAN, G., & GIL, I.** Análisis estructural de Óxidos de Grafeno (GO) y Óxidos de Grafeno reducidos (rGO). *Afinidad. Journal of Chemical Engineering Theoretical and Applied Chemistry*, [En línea], 2020, 77(591), p. 591. <https://raco.cat/index.php/afinidad/article/view/377162>

**CURI, A., GRANDA, W. J. V., LIMA, H. M., & SOUSA, W. T.** Las Zeolitas y su Aplicación en la Descontaminación de Efluentes Mineros. *Información tecnológica*, [En línea], 2006, 17(6), pp.111-118 Disponible en: . <https://doi.org/10.4067/S0718-07642006000600017>

**GORDÓN, F.** Aplicabilidad del composito goethita/óxido de grafeno reducido para remover metales pesados de aguas contaminadas (trabajo de titulación) (Grado) [En línea], Quito-Ecuador. 2017. pp. 1-107. Disponible en: <http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/18363>

**MARGARIT, V.** *Síntesis y caracterización de zeolitas micro-mesoporosas obtenidas a partir de surfactantes bifuncionales—PDF. Revista.* (2012). pp. 11-14. Disponible en: <https://docplayer.es/21586377-Sintesis-y-caracterizacion-de-zeolitas-micro-mesoporosas-obtenidas-a-partir-de-surfactantes-bifuncionales.html>

**MENENDEZ, R., & BLANCO, C.** *El grafeno—Catarata. Catarata., 2014, pp. 15-30.* Disponible en: [https://www.catarata.org/libro/el-grafeno\\_45846/](https://www.catarata.org/libro/el-grafeno_45846/)

**MORILLO, S.** *Obtención de Grafeno (Trabajo de titulación) (grados). ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO-ECUADOR [En línea], 2019, p- 1-107.* Disponible en: <https://www.studocu.com/ec/document/escuela-superior-politecnica-de-chimborazo/quimica/obtencion-de-grafeno/8175390>

**MUJAL, R., COLOM, F., & SALUEÑA, X.** *Grafeno: El material del presente con mucho futuro.* Automática e Instrumentación - La revista de la Industria 4.0. 2020, pp. 7-10. Disponible en: <https://www.automaticaeinstrumentacion.com/texto-diario/mostrar/2735503/grafeno-material-presente-mucho-futuro>

**NÚÑEZ, A.** *Determinación de la eficiencia del proceso de adsorción de mercurio utilizando óxido de grafeno reducido para efluentes contaminados.* (2020), pp. 25-30 Disponible en: <http://dspace.esPOCH.edu.ec/handle/123456789/14102>

**PABÓN, S. E., BENÍTEZ, R., SARRIA, R. A., GALLO, J. A., PABÓN, S. E., BENÍTEZ, R., SARRIA, R. A., & GALLO, J. A.** Contaminación del agua por metales pesados, métodos de análisis y tecnologías de remoción. Una revisión. *Entre Ciencia e Ingeniería*, [En línea] 14(27), 2020. pp. 9-18. Disponible en: <https://doi.org/10.31908/19098367.0001>

**PÁEZ PACHECO, H., & CASTRO, L. R.** Uso del óxido de grafeno como adsorbente en la remoción de cromo en una matriz acuosa con características de agua residual producto de la actividad de curtido. *Ingeniería Ambiental y Sanitaria.* 2019. pp.3-5. Disponible en: [https://ciencia.lasalle.edu.co/ing\\_ambiental\\_sanitaria/781](https://ciencia.lasalle.edu.co/ing_ambiental_sanitaria/781)

**REYES, Y., VERGARA, I., TORRES, O., DÍAZ LAGOS, M., & GONZÁLEZ JIMENEZ, E. E.** (2016). Contaminación por metales pesados: Implicaciones en salud, ambiente y seguridad alimentaria. *Ingeniería Investigación y Desarrollo: I2+D*, 16(2), pp. 66-77.

**RODRÍGUEZ, J.** +Síntesis y Caracterización de Óxido de Grafeno Reducido Funcionalizado con Nanopartículas Metálicas. Aplicación en el Desarrollo de Sensores Amperométricos Basados en Materiales Nanoestructurados (Ph.D. Thesis), Universitat Autònoma de Barcelona- España. 2021. Disponible en: <https://www.tdx.cat/handle/10803/671817>

**SILVA, J., & MEDINA, C.** (2022). *Materiales y nanomateriales. Principios, aplicaciones y técnicas de caracterización.*

**STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER.** . 3500-Hg MERCURY. En *Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater*, American Public Health Associatio. 23. 2017. pp. 6-10. Disponible en: <https://doi.org/10.2105/SMWW.2882.235>

**TENE, T., ARIAS ARIAS, F., GUEVARA, M., NUÑEZ, A., VILLAMAGUA, L., TAPIA, C., PISARRA, M., TORRES, F. J., CAPUTI, L. S., & VACACELA GOMEZ, C.** (2022). Removal of mercury(II) from aqueous solution by partially reduced graphene oxide. *Scientific Reports*, 12(1), Article 1. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-10259-z>

**ULLOA, N., JIMÉNEZ, M., SERRANO, B., & SERRANO, C.** Natural zeolite-based geopolymer as alternative building materials. *Revista ingeniería de construcción*, 37(1), 2022. pp.5-13. Disponible en: <https://doi.org/10.7764/ric.00011.21>

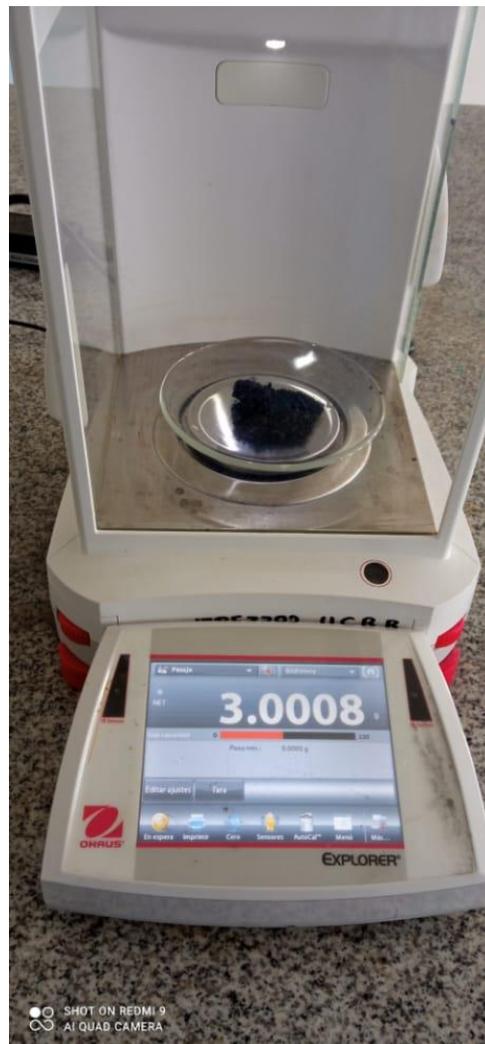
**WU, F.-C., TSENG, R.-L., & JUANG, R.-S.** Initial behavior of intraparticle diffusion model used in the description of adsorption kinetics. *Chemical Engineering Journal*, 153(1), 2009. pp. 1-8. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2009.04.042>

1631-DBRA-UPT-2024



## ANEXOS

### ANEXO A: MEDICIÓN DEL PESO DEL GRAFITO



## ANEXO B: ADICIÓN DE REACTIVOS



**ANEXO C: AGITADO Y CENTRIFUGADO PARA ALCANZAR EL PH ADECUADO**



#### ANEXO D: OBTENCIÓN DEL ÓXIDO DE GRAFENO



#### ANEXO E: SECADO DEL ÓXIDO DE GRAFENO





epoch

Dirección de Bibliotecas y  
Recursos del Aprendizaje

UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y  
DOCUMENTAL

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 17 / 08 / 2023

<b>INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)</b>
<b>Nombres – Apellidos:</b> Derian David Torres Valencia
<b>INFORMACIÓN INSTITUCIONAL</b>
<b>Facultad:</b> Ciencias
<b>Carrera:</b> Ingeniería Química
<b>Título a optar:</b> Ingeniero químico
<b>f. Analista de Biblioteca responsable:</b> Ing. Rafael Inty Salto Hidalgo

1631-DBRA-UPT-2024

