



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA QUÍMICA

**“APLICACIÓN DEL COMPOSITO MAGNETITA-TUSA DE MAIZ
PARA REMOVER CROMO TOTAL EN AGUAS RESIDUALES DE
CURTIEMBRE”**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de.

QUÍMICA/O

AUTORES: ESTHEFANNY NATALY NUÑEZ HERRERA

EDISON FERNANDO SALGUERO SILVA

DIRECTOR: Dr. JORGE EFRÉN SILVA YUMI, PhD.

Riobamba – Ecuador

2024

© 2024, Esthefanny Nataly Nuñez Herrera & Edison Fernando Salguero Silva

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.

Nosotros, Esthefanny Nataly Nuñez Herrera y Edison Fernando Salguero Silva, declaramos que el presente Trabajo de Integración Curricular es de nuestra autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autores 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, 05 de abril de 2024






Esthefanny Nataly Nuñez Herrera
C.I. 065004607-1



Edison Fernando Salguero Silva
C.I. 060452885-1

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, **APLICACIÓN DEL COMPOSITO MAGNETITA-TUSA DE MAIZ PARA REMOVER CROMO TOTAL EN AGUAS RESIDUALES DE CURTIEMBRE**, realizado por la señorita: **ESTHEFANNY NATALY NUÑEZ HERRERA** y el señor: **EDISON FERNANDO SALGUERO SILVA**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Ing. Luis Santiago Carrera Almendariz, Msc. PRESIDENTE DEL TRIBUNAL		2024-04-05
Dr. Jorge Efrén Silva Yumi, PhD. DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2024-04-05
Ing. Carlos Alcibar Medina Serrano ASESOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2024-04-05

DEDICATORIA

Queremos dedicar este trabajo a nuestros padres, quienes nos enseñaron el valor del esfuerzo y la dedicación. A nuestra familia, por su apoyo incondicional en cada paso de este viaje. A nuestros amigos, por brindarnos su ánimo y alegría en los momentos más difíciles. A nuestros profesores, por su guía experta y sabia. A nosotros mismos por ser compañeros, mejores amigos y pareja incondicional el uno del otro, juntos hemos superado desafíos, celebrado triunfos y compartidos momentos inolvidables en este viaje académico. A todas aquellas personas que creyeron en nosotros cuando dudábamos. Esta tesis está dedicada a ustedes, como un símbolo de gratitud por su amor, confianza y motivación constante.

Esthefanny & Edison

AGRADECIMIENTO

Queremos expresar nuestro profundo agradecimiento a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo por brindarnos la oportunidad que ha sido esencial para alcanzar nuestras metas. A nuestros respetados docentes por transmitirnos conocimientos indispensables para nuestro desarrollo académico. También queremos reconocer la dedicación y paciencia de nuestro director, cuyo apoyo ha sido fundamental en nuestro camino hacia esta meta. A nuestros amigos y familiares, les estamos profundamente agradecidos por su amor incondicional, su comprensión y su aliento constante. Finalmente, queremos expresar nuestra gratitud a todas las personas que, de alguna manera, contribuyeron con sus conocimientos, consejos y palabras de aliento durante este proceso de investigación. ¡Gracias a todos por ser parte de este importante logro!

Esthefanny & Edison

ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	xi
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xiii
RESUMEN.....	xiv
ABSTRACT.....	xv
INTRODUCCIÓN.....	1

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO.....	4
1.1. Antecedentes.....	4
1.2. Bases Teóricas.....	6
1.2.1. <i>El agua como recurso hídrico</i>.....	6
1.2.2. <i>Contaminación del agua</i>.....	6
1.2.3. <i>Tratamiento de aguas residuales</i>.....	7
1.2.3.1. <i>Tratamiento Primario</i>	7
1.2.3.2. <i>Tratamiento Secundario</i>	8
1.2.3.3. <i>Tratamiento terciario o avanzado</i>	8
1.2.4. <i>Metales Pesados</i>.....	8
1.2.4.1. <i>Cromo</i>	10
1.2.5. <i>Curtido de cuero</i>.....	10
1.2.6. <i>Magnetita</i>.....	12
1.2.7. <i>Residuos agroindustriales</i>.....	13
1.2.7.1. <i>Tusa de maíz</i>	14
1.3. Bases Conceptuales.....	15
1.3.1. <i>Compositos magnéticos</i>.....	15
1.3.2. <i>Biosorción</i>.....	15
1.3.3. <i>Tusa de maíz como biosorbente</i>.....	15
1.3.4. <i>Factores que influyen en el proceso de adsorción</i>.....	16
1.3.4.1. <i>pH</i>	16
1.3.4.2. <i>Cantidad del material adsorbente</i>	16
1.3.4.3. <i>Tamaño de la partícula</i>	17
1.3.4.4. <i>Concentración inicial del contaminante</i>	17
1.3.4.5. <i>Hidrólisis de la biomasa</i>	17

1.3.4.6.	<i>Lecho fijo y curvas de ruptura</i>	17
1.3.5.	<i>Construcción del proceso de adsorción de Cr en columna de lecho fijo</i>	18
1.3.6.	<i>Modelos de adsorción en columna</i>	19
1.3.6.1.	<i>Modelo de Wolborska</i>	20
1.3.7.	<i>Espectroscopía Infrarroja de Reflectancia Total Atenuada (IR-ART)</i>	20
1.3.8.	<i>Microscopía Electrónica de Barrido (SEM/EDS)</i>	20
1.3.9.	<i>Espectrofotometría de Absorción Atómica</i>	21
1.4.	Bases Legales	21
1.4.1.	<i>Ley orgánica de recursos hídricos, usos y aprovechamiento del agua</i>	21
1.4.2.	<i>Ley orgánica de salud</i>	21
1.4.3.	<i>Texto Unificado de Legislación Secundaria de Medio Ambiente (TULSMA)</i>	22

CAPÍTULO II

2.	MARCO METODOLÓGICO	24
2.1.	Ubicación del muestreo de agua residual	24
2.2.	Materiales y Reactivos	25
2.2.1.	<i>Materiales y Equipos</i>	25
2.2.2.	<i>Reactivos</i>	26
2.3.	Metodología Experimental	26
2.3.1.	<i>Etapa 1: Obtención de la tusa de maíz hidrolizada</i>	26
2.3.1.1.	<i>Obtención de la tusa de maíz</i>	26
2.3.1.2.	<i>Pretratamiento de la biomasa residual</i>	27
2.3.1.3.	<i>Hidrólisis de la tusa del maíz</i>	27
2.3.2.	<i>Etapa 2: Síntesis de magnetita in situ sobre tusa de maíz</i>	27
2.3.2.1.	<i>Síntesis de magnetita in situ sobre tusa de maíz</i>	27
2.3.2.2.	<i>Lavado y secado del composito magnetita – tusa de maíz</i>	28
2.3.2.3.	<i>Caracterización del composito</i>	28
2.3.3.	<i>Etapa 3: Determinación de la capacidad de adsorción de cromo total</i>	31
2.3.3.1.	<i>Preparación de las soluciones sintéticas</i>	32
2.3.3.2.	<i>Método de análisis y curva de calibración de Cr</i>	32
2.3.3.3.	<i>Capacidad de adsorción, porcentaje de remoción y curvas de ruptura</i>	33
2.4.	Metodología estadística	34
2.4.1.	<i>Tipo de investigación</i>	34
2.4.2.	<i>Población de estudio</i>	35
2.4.3.	<i>Unidad de análisis</i>	35
2.4.4.	<i>Selección de la muestra</i>	35

2.4.5.	<i>Tamaño de la muestra</i>	35
2.4.6.	<i>Diseño Experimental</i>	36

CAPÍTULO III

3.	MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS	38
3.1.	Etapa 1: Obtención de la tusa de maíz hidrolizada	38
3.2.	Etapa 2: Síntesis de magnetita in situ sobre la tusa de maíz hidrolizada	40
3.2.1.	<i>Espectroscopia IR-ATR</i>	42
3.2.2.	<i>Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)</i>	42
3.2.3.	<i>Espectrofotometría de Absorción Atómica</i>	47
3.3.	Etapa 3: Determinación de la capacidad de adsorción de Cr total	48
3.3.1.	<i>Capacidad de adsorción</i>	48
3.3.2.	<i>Curvas de Ruptura</i>	49
3.3.3.	<i>Aplicación del modelo</i>	53
3.4.	Análisis estadístico	53
3.4.1.	<i>Normalidad en los datos</i>	53
3.4.2.	<i>Comparación de cantidad de contaminantes por tipo de agua residual utilizada</i> ...	54
3.4.2.1.	<i>Comparación generalizada</i>	54
3.4.3.	<i>Comparación entre pares de grupos de agua residual utilizada</i>	55
3.4.3.1.	<i>Comparación Gráfica</i>	55
3.4.4.	<i>Comparación de Cantidad de Contaminantes por Tiempo de Filtrado</i>	56
3.4.4.1.	<i>Comparación general</i>	56
3.4.5.	<i>Comparación entre pares de grupos de tiempos de filtrado</i>	56
3.4.5.1.	<i>Comparación gráfica</i>	57
	CONCLUSIONES	58
	RECOMENDACIONES	60
	BIBLIOGRAFÍA	
	ANEXOS	

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-1:	Principales actividades industriales y su contaminación con metales pesados... 9
Tabla 1-2:	Taxonomía de la planta de maíz 14
Tabla 1-3:	Detalles de los parámetros de operación en el modelo de adsorción en columna de lecho fijo..... 18
Tabla 1-4:	Detalles de los modelos de adsorción en columna y la variación de sus parámetros en el modelo de adsorción en columna. 19
Tabla 1-5:	Criterios de calidad admisibles para la preservación de la vida acuática y silvestre en aguas dulces frías o cálidas, y en aguas marinas y de estuarios. 22
Tabla 2-1:	Soluciones estándar de Fe junto con sus respectivos valores de concentración (ppm) para la construcción de la curva de calibración..... 30
Tabla 2-2:	Parámetros de trabajo del equipo de espectrofotometría de absorción atómica.30
Tabla 2-3:	Parámetros de trabajo del equipo de espectrofotometría de absorción atómica.33
Tabla 2-4:	Soluciones estándar de Cr junto con sus respectivos valores de concentración (ppm) para la construcción de la curva de calibración..... 33
Tabla 2-5:	Descripción del diseño no paramétrico de la investigación. 36
Tabla 3-1:	Cantidad de lavados del composito..... 41
Tabla 3-2:	Capacidad de adsorción y porcentaje de remoción del composito con agua sintética (83 ppm) 48
Tabla 3-3:	Capacidad de adsorción del composito con el agua residual real. 49
Tabla 3-4:	Parámetros de la columna en lecho fijo para el composito magnetita-tusa de maíz 51
Tabla 3-5:	Variables de la curva de ruptura para la tusa de maíz hidrolizada. 52
Tabla 3-6:	Parámetros obtenidos en el modelo de Wolborska 53
Tabla 3-7:	Test de Kolmogorov Smirnov para normalidad de muestras, con corrección de Lilliefors para muestras grandes 54
Tabla 3-8:	Test de Kruskal Wallis para comparación entre cantidad de contaminantes por tipo de agua utilizada. 54
Tabla 3-9:	Test U de Mann-Whitney para comparación dos a dos entre cantidad de contaminantes por tipo de agua residual utilizada. 55
Tabla 3-10:	Test de Kruskal Wallis para comparación entre cantidad de contaminantes por tiempo de filtrado 56
Tabla 3-11:	Test de Wilcoxon para comparación dos a dos entre cantidad de contaminantes por tiempo de filtrado..... 56

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1-1:	Ciclo de actividades relacionadas con la contaminación del agua.	7
Ilustración 1-2:	Proceso básico en el tratamiento de aguas residuales.....	8
Ilustración 1-3:	Diagrama de flujo del proceso de curtido con sales de cromo.	11
Ilustración 1-4:	Estructura de la magnetita (a) poliédrico, (b) celda unitaria, (c) cristalina: Fe ²⁺ átomos verdes, Fe ³⁺ átomos marrones y O ²⁻ átomos grises.....	12
Ilustración 1-5:	Extensión de cultivo de maíz (ha) por provincia en Ecuador 2022.	16
Ilustración 1-6:	Curva de Ruptura.....	17
Ilustración 1-7:	Componentes esenciales de un espectrómetro ATR-IR	20
Ilustración 2-1:	Ubicación de la Curtiduría Tungurahua	24
Ilustración 2-2:	Etapas que sigue la metodología del trabajo experimental.....	26
Ilustración 2-3:	Esquema del equipo armado para la síntesis in situ sobre tusa de maíz.	28
Ilustración 2-4:	Equipo de recubrimiento de metalización DESK V/DentonVaccum.....	29
Ilustración 2-5:	Equipo de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) JSM-IT100 /EDS- JEOL.....	29
Ilustración 2-6:	Curva de calibración realizada con los datos descritos en la Tabla 2-1.	31
Ilustración 2-7:	Esquema del equipo armado para la determinación de la capacidad de adsorción del composito.	31
Ilustración 2-8:	Preparación de agua residual sintética 83 y 54 ppm.....	32
Ilustración 2-9:	Curva de calibración realizada con los datos descritos en la Tabla 2-2.	33
Ilustración 3-1:	Tusa de maíz en (a) condición natural, (b) triturada y tamizada.	38
Ilustración 3-2:	(a) Hidrolizado, (b) sonicada y (c) secado de la tusa de maíz.	38
Ilustración 3-3:	Espectro IR-ATR de la tusa de maíz en estado natural.	39
Ilustración 3-4:	Espectro IR-ATR de la tusa de maíz hidrolizada.	40
Ilustración 3-5:	Cambio de coloración durante el proceso de síntesis del composito.....	41
Ilustración 3-6:	Espectro IR-ATR del composito magnetita- tusa de maíz hidrolizada.	42
Ilustración 3-7:	Micrografía SEM de la tusa hidrolizada.	43
Ilustración 3-8:	Caracterización SEM a) matriz polimérica y b) partículas de magnetita del composito.	43
Ilustración 3-9:	Caracterización SEM del composito después del proceso de adsorción, a) agua residual sintética y b) agua residual real.	44
Ilustración 3-10:	Análisis EDS de la matriz polimérica.....	44
Ilustración 3-11:	Análisis EDS del composito magnetita-tusa de maíz.....	45
Ilustración 3-12:	Espectro EDS para la muestra de magnetita.....	45
Ilustración 3-13:	Análisis EDS del composito-agua residual real.	46

Ilustración 3-14:	Análisis EDS del composito-agua residual sintética.	46
Ilustración 3-15:	Medición de la magnetita con el teslametro.	48
Ilustración 3-16:	Curva de ruptura para la adsorción de Cr a $C_0 = 83$ ppm, $Z=9$ cm y $Q=0.22$ mL/min, pH=4.06.	50
Ilustración 3-17:	Curva de ruptura para la adsorción del composito de Cr a $C_0 = 18.32$ ppm, $Z = 9$ cm y $Q = 0.22$ mL/min, pH 6,86.	51
Ilustración 3-18:	Curva de ruptura para la adsorción de Cr con tusa de maíz Hidrolizada a $C_0=18.32$ ppm, $Z =9$ cm y $Q=0.22$ mL/min, pH 6.86.	52
Ilustración 3-19:	Adsorción de cromo de acuerdo con las aguas sintéticas y tratamiento control.....	55
Ilustración 3-20:	Adsorción de cromo por tiempo de exposición	57

ÍNDICE DE ANEXOS

- ANEXO A:** DATOS OBTENIDOS DESPUÉS DE LA EXPERIMENTACION PARA DETERMINAR LA CONCENTRACION FINAL Y % ADSORCIÓN DE CR TOTAL
- ANEXO B:** DATOS OBTENIDOS PARA LA CURVA DE RUPTURA
- ANEXO C:** APLICACIÓN DEL MODELO DE WOLBORSKA
- ANEXO D:** PARÁMETROS DE LA COLUMNA EN LECHO FIJO
- ANEXO E:** AGUA RESIDUAL TRATADA
- ANEXO F:** DIGESTIÓN ÁCIDA PARA LA DETERMINACIÓN DE MAGNETITA

RESUMEN

La contaminación por metales pesados en aguas residuales industriales, específicamente en la industria de curtiembres, se debe en gran parte al uso de sales de cromo, siendo este metal una parte significativa de los residuos generados. Dado que los tratamientos actuales son costosos, es esencial desarrollar nuevas técnicas y materiales más accesibles y económicos. Por lo tanto, el objetivo de la presente investigación fue desarrollar y aplicar un compuesto de magnetita-tusa de maíz para la remoción del cromo total en aguas residuales de curtiembres. El compuesto se obtuvo mediante la síntesis in situ de magnetita sobre tusa de maíz hidrolizada, seguido de su caracterización utilizando diversas técnicas instrumentales. Se evaluó la eficacia del compuesto en la adsorción de cromo a través de estudios en columnas de lecho fijo utilizando tanto soluciones sintéticas como muestras reales de agua con cromo. Los resultados obtenidos mediante espectrofotometría de absorción atómica indican una alta eficiencia de remoción en las muestras de agua residual sintética, aunque en las muestras reales no se observó una eficiencia tan marcada. Las curvas de ruptura no alcanzaron el punto de saturación en los tiempos establecidos, por lo que se determinaron cualitativamente. Además, los resultados experimentales fueron ajustados al modelo de Wolborska. En conclusión, el compuesto de magnetita-tusa de maíz se perfila como una alternativa prometedora para la eliminación del cromo en aguas residuales de curtiembres.

Palabras clave: <MAGNETITA>, <COMPOSITO>, <HIDROLIZADO>, <CROMO>, <SÍNTESIS>, <TUSA DE MAÍZ>, <REMOCIÓN>, <ADSORCIÓN>.

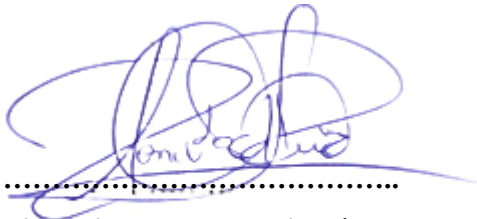
0464-DBRA-UPT-2024



ABSTRACT

Heavy metal pollution in industrial wastewater, particularly in the tanning industry, is due to the use of chromium salts, this metal being an important part of the waste generated. Since current treatments are expensive, it is essential to develop new techniques and materials that are more accessible and economical. In this context, the research aimed to develop and apply a corn magnetite-cob composite to remove total chromium from tannery wastewater. The composite was obtained in situ synthesis of magnetite on a hydrolyzed corn cob, then its characterization using various instrumental techniques. The chromium adsorption efficiency of the composite was evaluated by fixed-bed column studies using synthetic solutions and real water samples containing chromium. The results obtained by atomic absorption spectrophotometry indicate a high removal efficiency in the synthetic wastewater samples, although the real samples did not show such a marked efficiency. The penetration curves did not reach the saturation point at the established times, so they were determined qualitatively. In addition, the experimental results were by the Wolborska model. In conclusion, the corn magnetite-cob composite is a promising alternative for chromium removal from wastewater.

Keywords: <MAGNETITE>, <COMPOUND>, <HYDROLYSATE>, <CHROMIUM>, <SYNTHESIS>, <CORN COB>, <REMOVAL>, <ADSORPTION>.



.....
Lic. Edison Renato Ruiz López

C.I. 060394704-4

INTRODUCCIÓN

Planteamiento del problema

Las industrias debido a la gran demanda generan desechos considerables de metales pesados. La descarga de los procesos industriales en corrientes de agua es un problema grave a nivel mundial, debido a la presencia de especies metálicas, los cuales tienden a bioacumularse en seres vivos y perjudicar la salud. Este inconveniente puede extenderse a los suelos a través de actividades de riego, lo que causa el deterioro y pérdida de nutrientes, y a su vez afecta la producción agrícola y ganadera (Pintado, 2018, pág. 14).

Los metales pesados causan problemas renales, cáncer e incluso la muerte (Astudillo, 2019, pág. 183), ya que al no degradarse o destruirse por procesos naturales, se acumulan en el medio ambiente e ingresan dentro de la cadena alimentaria. Según Ferré et al. (2018, págs. 51-52) los metales pesados más conocidos y controversiales son; el aluminio (Al), arsénico (As), cromo (III y VI), mercurio (Hg), plomo (Pb) y níquel (Ni), debido a que, se incorporan fácilmente por vía dérmica.

El cromo III, es un nutriente importante para los seres vivos en cantidades moderadas, sin embargo; su exceso puede causar alteración en el metabolismo de grasas, aumentar el riesgo de diabetes y problemas cardiovasculares. La concentración de cromo en la sangre no debe superar el 0.5 µg/L para considerarse un elemento traza y factor esencial en el metabolismo de la insulina (Alvarado et al., 2002, pág. 57). El sulfato de cromo ($\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$) es frecuentemente utilizado en el proceso de curtido de pieles de animales. No obstante, las interacciones y reacciones que ocurren durante el curtido dan como resultado la formación de cromo hexavalente (VI), este elemento es altamente tóxico, eleva el riesgo de cáncer y causa problemas respiratorios (Ortiz, 2016, pág. 20).

En el Ecuador, la provincia de Tungurahua cuenta con un total de 80 pequeñas, medianas y grandes empresas artesanales dedicadas al curtido, que por falta de conocimiento en la normativa vigente que establece un valor permisible de 0.05 mg/L y, escasez económica para el tratamiento, han ocasionado una elevada concentración de cromo en los principales torrentes que atraviesan la ciudad. Se estima que el 80% de la contaminación por la industria de curtido ocurre en esta provincia (Silva & Salinas, 2022, págs. 3-5).

En este sentido, se han buscado diversas alternativas para el tratamiento del agua contaminada, específicamente; osmosis, filtración, coagulación y floculación que, por sus altos costos energéticos e infraestructura, no logran resultados positivos en la reducción de la concentración. Investigaciones recientes se centran en el desarrollo de materiales con propiedades magnéticas,

que han demostrado eficiencia para la eliminación de mercurio, cadmio, cobre, plomo y cromo (Cruz et al., 2014, pág. 1). Otros estudios muestran el uso de biomasa residual para remover metales pesados como alternativa de fácil accesibilidad y bajo costo. Algunos ejemplos de biomasa residuales incluyen; cascarilla de arroz (Rodríguez et al., 2012, págs. 146-150), hojas de maíz (Astudillo, 2019, págs. 184-186), cáscara de naranja (Cardona et al., 2013, pág. 3), cáscaras de tamarindo (Tejada et al., 2015, pág. 112) y marlo (tusa) de maíz (Pintado, 2018, pág. 1). La tusa de maíz, al no ser provechosa como alimento para animales, es incinerada a cielo abierto contribuyendo al daño medioambiental (Lesme et al., 2020, pág. 1).

En este contexto, la magnetita y la tusa de maíz han despertado un gran interés por diferentes investigadores. Por lo que se pretende desarrollar un material compuesto a base de la biomasa-magnetita y, determinar la capacidad de remoción de Cr en aguas residuales previamente tratadas provenientes de la industria curtiembre.

Formulación del problema

La presente investigación tiene como objetivo evaluar la capacidad de adsorción de cromo utilizando el composito magnetita-tusa de maíz para soluciones acuosas, específicamente se planteó la siguiente pregunta de investigación:

¿Qué tan eficiente es el composito magnetita-tusa de maíz para remover cromo presente en las aguas residuales de curtiembre?

Justificación del problema

El curtido es un proceso destinado al refinado de las pieles de animales que implementa sales de cromo, como agentes curtientes. Estas sales alteran su estructura química (estabilizan el colágeno) y aspecto físico para convertirlo en un material blando y de larga duración, denominado cuero (Martínez, 2016, pág. 15). Sin embargo, del total de los residuos producidos, aproximadamente el 26% contiene cromo (Chávez, 2018, pág. 9).

La magnetita Fe_3O_4 muestra una elevada eficiencia en la remoción de cromo (Mendoza, 2016, pág.46). Por otro lado, la tusa de maíz es un residuo lignocelulósico que se presenta como alternativa de biosorción para metales pesados, siendo de fácil accesibilidad y bajo costo. La combinación de estos materiales crea una sinergia denominada “composito”, que fortalece las propiedades adsorbentes y optimiza la eficiencia del proceso (Cabrera, 2020, pág. 24).

Por esta razón, el presente trabajo de investigación se pretende desarrollar un material compuesto de tusa de maíz y magnetita para la remoción de cromo en aguas residuales de curtiembre previamente tratadas. En cuanto al aporte científico, se espera obtener un mecanismo óptimo mediante el uso de compositos que permita lograr una máxima capacidad de remoción de cromo y, que en estudios posteriores pueda recuperarse el cromo. Los aspectos económicos asociados al trabajo de investigación serán cubiertos por los tesisistas y el Grupo de Investigación de Materiales Avanzados (GIMA).

Objetivos

Objetivo General

Aplicar el composito magnetita-tusa de maíz mediante estudios continuos en columna de lecho fijo para adsorber cromo total de aguas residuales de curtiembre.

Objetivos Específicos

- Desarrollar el composito mediante la síntesis de magnetita in situ sobre tusa de maíz tratada para remover de cromo en agua residual real y sintética.
- Caracterizar el composito mediante técnicas instrumentales para determinar sus propiedades físicas y químicas.
- Determinar la capacidad del composito magnetita-tusa de maíz para la adsorción de cromo mediante los modelos de adsorción en columna.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO

1.1. Antecedentes

El estudio realizado por Mendoza (2016, págs. 34-46) evalúa la adsorción de Cr con magnetita sintetizada por coprecipitación. El área superficial de la magnetita sintetizada fue de 379 m²/g, la mayor remoción fue a un pH ácido de 4 y un tiempo de contacto de 60 minutos. La investigación evidencia la capacidad de adsorción de la magnetita.

En el trabajo desarrollado por Deza & Salina (2022, págs. 41-88) determinaron la adsorción de Cr de un efluente de curtido utilizando nanopartículas de magnetita sintetizadas mediante química verde. El extracto fenólico del hueso de la aceituna se usó como agente reductor en la reacción de coprecipitación de las nanopartículas. El extracto lo realizaron por maceración hidroalcohólica, posteriormente lo filtraron y adicionaron a una cadena de frío. El producto final se combinó con cloruro férrico, agua ultrapura, sulfato ferroso heptahidratado e hidróxido de sodio, obteniendo magnetita con un tamaño promedio de 73.28 a 162.9 nm. Los autores concluyen que la máxima capacidad de adsorción se produce a un pH 2, con una velocidad de agitación de 140 RPM y un tiempo de contacto de 30 minutos. El estudio proporciona una perspectiva importante en los estudios experimentales de los ensayos de adsorción de cromo mediante el uso de magnetita.

La investigación de Robles et al. (2021, págs. 3-11) se orienta en la degradación de colorantes azoicos (azul brillante (AB)) en soluciones acuosas con nanopartículas de magnetita sintetizadas a partir de la cáscara de papaya que por su elevada presencia de azúcares reductores lo convierte en un agente reductor propicio para la síntesis. Las nanopartículas demostraron una alta degradación de los colorantes en un tiempo de 5 minutos a una dosis de 0.510 g del material.

El trabajo desarrollado por Cañazaca & Ccama (2017, págs. 103-159) determina la remoción de cromo +6 mediante la utilización de nanopartículas de hierro metálico sintetizadas a partir de los compuestos polifenólicos presentes en las hojas de eucalipto. El mejor rendimiento en términos de remoción se evidenció a un pH ácido de 3, en un tiempo de 25 minutos y en una concentración inicial de 25 ppm. El proceso de remoción se ajustó a la isoterma del modelo de Freundlich y Langmuir. En el estudio se destaca, que las nanopartículas al encontrarse en contacto con la solución de Cr poseían un color negro intenso, sin embargo, al transcurrir el tiempo su color se degradaba hasta alcanzar un color marrón característico de la oxidación.

La utilización de diversos materiales absorbentes como algas y quitosano por Navarro et al. (2006, págs. 116-124), que pretendía eliminar iones metálicos divalentes (Cd y Zn). Para la adsorción de Cd y Zn se realizó una modificación química, las algas fueron sometidas a una reticulación con cloruro de calcio (CaCl_2), lo que permitió el intercambio de polialginatos en la capa superficial de las algas por iones Ca^{2+} mediante el desprendimiento de Na, H_3O^+ y K. Mientras para el quitosano se realizó una reticulación con glutaraldehído. Los resultados muestran que los biopolímeros se ven fuertemente influidos por el pH. El Cd al tener mayor peso atómico se adsorbe fácilmente en comparación con el zinc bajo los mismos parámetros, siendo su acidez un factor preponderante en el proceso de adsorción.

El trabajo de Meneses et al. (2018, págs. 5-9) se orientó a la utilización de una microalga *spirulina sp* para remover Cr presente en agua residual industrial previamente tratada por sedimentación primaria, agua residual tratada por coagulación y precipitación, y una solución patrón. Los ensayos se realizaron en sistema discontinuo (batch). La máxima remoción se obtuvo en el agua residual sedimentada en un lapso de 24 horas, es importante mencionar que, al transcurrir 96 horas la capacidad de adsorción se revierte.

Oré (2015, págs. 122-132) evalúa la biosorción de Pb (II) en aguas mineras con marlo de maíz. Los experimentos se realizaron en un sistema discontinuo (batch), la capacidad máxima de biosorción se alcanzó a una dosis de 4g/L, en un tiempo de agitación de 90 minutos y un pH de 5. Los ensayos mostraron que al aumentar la concentración inicial del metal la capacidad de adsorción se eleva hasta alcanzar el equilibrio, el modelo se ajustó a la isoterma de Langmuir y Freundlich y, seguía una cinética de pseudo segundo orden.

En la investigación realizada por Sánchez (2018, págs. 32-75) referente a la adsorción de plomo y cadmio con tusa de maíz. El mejor rendimiento se produjo a un pH de 6.47, en 12 horas y a un tamaño de partícula mayor a 1 mm. Cabe recalcar, pasado el tiempo mencionado, el material se saturó lo que obstruyó la capacidad de remoción.

El estudio realizado por Asimbaya (2016, págs. 8-12) se enfoca en impregnar nanopartículas de magnetita en aserrín y residuos lignocelulósicos de laurel, canelos y eucalipto para remover zinc en soluciones acuosas previamente preparadas, obteniendo como resultado para los primeros materiales porcentajes máximos de 98.95 %, 98.80 % y 97.61 % respectivamente, y para los residuos lignocelulósicos porcentajes de 60.98 %, 46.01 % y 33.31 % a una dosis de 7 g/L. Estos resultados indican que la impregnación de nanopartículas de magnetita en la biomasa tiene efecto significativo en la remoción de zinc. También se destaca, que tanto el aserrín como los residuos

lignocelulósicos son materiales adsorbentes con elevado potencial para la eliminación de metales en agua.

1.2. Bases Teóricas

1.2.1. *El agua como recurso hídrico*

Tales de Mileto, un filósofo del siglo VI a.C. define al agua como el elemento fundamental para la sustentabilidad de la tierra, después de todo el 71 % de la superficie del planeta está cubierto por agua. La historia afirma que la vida se originó en el agua, y las actividades humanas lo requieren para el lavado en centros industriales, riego en zonas productivas, entre otros (Guerrero, 2012, págs. 8-9). Se mencionan algunos puntos importantes relacionados con el agua en organismos vivos y las actividades en diferentes sectores:

- **Importancia en seres vivos:** Más del 50 % de la masa total de los seres vivos, incluido el ser humano está constituido por agua. Su presencia es indispensable para el cumplimiento de funciones vitales (Martos, 2015, págs. 20-21).
- **Uso agrícola:** El 70 % de agua dulce se destina a la producción agropecuaria, siendo los ecosistemas terrestres y el sector de producción agrícola los principales consumidores (Zuñiga & Mendoza, 2021, pág. 10).
- **Uso industrial:** El 22 % del agua total del mundo se destina a procesos industriales, (Zuñiga & Mendoza, 2021, pág.10). En la fabricación industrial, el agua puede utilizarse en mezcla de materias primas, enfriamiento, limpieza y lavado de equipos. Cabe mencionar, que el uso del agua puede variar según la industria y el tipo de proceso.
- **Generación de energía hidráulica:** Se estima que en 65 países más de la mitad de su suministro de energía, depende en un 80 % de la energía hidroeléctrica, y el resto de los países casi en su totalidad de esta fuente de energía, ya que no producir emisiones de gases de efecto invernadero ni otras formas de contaminación atmosférica constituye una alternativa energética viable (Zuñiga & Mendoza, 2021, pág.10).

1.2.2. *Contaminación del agua*

La contaminación es producto del derrame de elementos o compuestos orgánicos e inorgánicos que sobrepasan los niveles establecidos para consumo humano, industrial y la preservación de la flora y fauna. Estas sustancias provienen de actividades domésticas, industriales, agrícolas, e incluso de fuentes naturales, como se muestra en la ilustración 1-1. Los cuerpos de agua

torrentosos, como ríos, poseen la capacidad de autorregulación, que les permite eliminar los contaminantes vertidos en ellos (Orozco, 2005, pág. 32-33).

Las sustancias vertidas en el agua pueden tener diferentes características de biodegradabilidad, lo que significa que pueden utilizar microorganismos y sustancias químicas propias del agua para metabolizar. Sin embargo, las sustancias no degradables se transforman en un veneno tóxico que permanece en el agua y se transporta a ecosistemas acuáticos y terrestres. (Orozco, 2005, pág. 32-33).

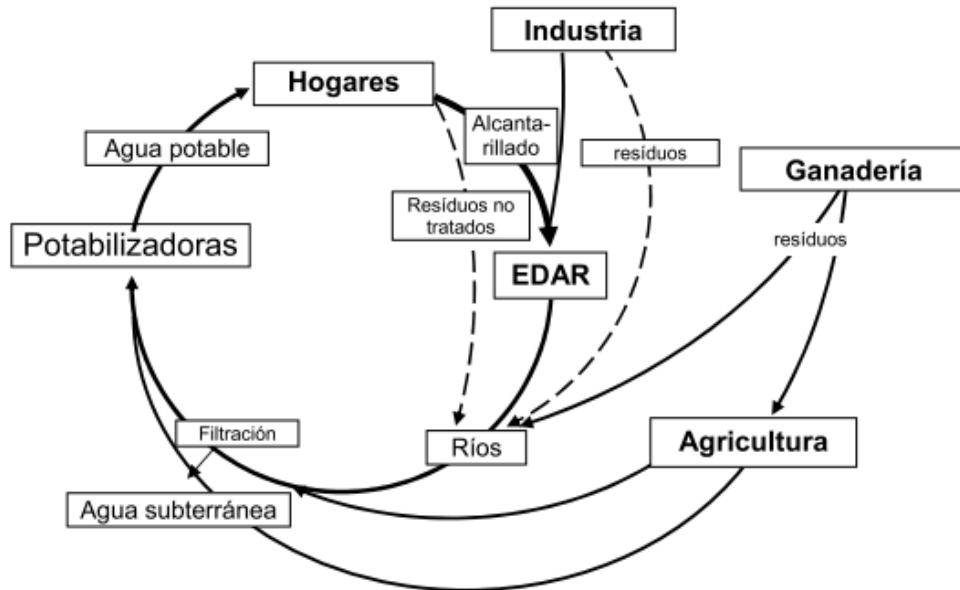


Ilustración 1-1: Ciclo de actividades relacionadas con la contaminación del agua. **Nota:** Estaciones Depuradoras de Aguas Residuales (EDAR).

Fuente: Barceló, 2010

1.2.3. Tratamiento de aguas residuales

Con el objetivo de reducir la cantidad de contaminantes en agua residuales se han implementado técnicas que permitan alcanzar los parámetros de calidad establecidos para su uso. En la Ilustración 1-2 se evidencia los tipos de tratamiento y se mencionan los principales métodos usados.

1.2.3.1. Tratamiento Primario

El tratamiento primario es la primera etapa de una planta de tratamiento de agua residual, tiene como objetivo reducir la cantidad de contaminantes sólidos, materia gruesa y flotantes presente, antes de su descarga al medio ambiente (CENTA, 2016, pág. 9). Los principales procesos desarrollados

en el tratamiento primario son: cribado o desbrozo, sedimentación, flotación, separación de aceites, homogenización y neutralización (Ramalho, 2021, pág. 9).

1.2.3.2. Tratamiento Secundario

Consiste en eliminar el 90 % de la materia orgánica disuelta y contaminantes. Este proceso se realiza dentro de tanques de aireación en combinación con bacterias y microorganismos (Herbert, 2010, pág. 11). Entre los más destacados se encuentran: lodos activos, aireación prolongada, estabilización por contacto, filtros biológicos (Ramalho, 2021, pág. 9).

1.2.3.3. Tratamiento terciario o avanzado

Remueve compuestos como bifenilos policlorados (PCB) y compuestos aromáticos, que no se eliminan por procesos primarios o secundarios (Baeza, 2018, págs. 2-7). Los procesos terciarios más comunes son: osmosis inversa, electrodiálisis, cloración, ozonización, carbón activado, filtración y microtamizado (Ramalho, 2021, pág. 9).

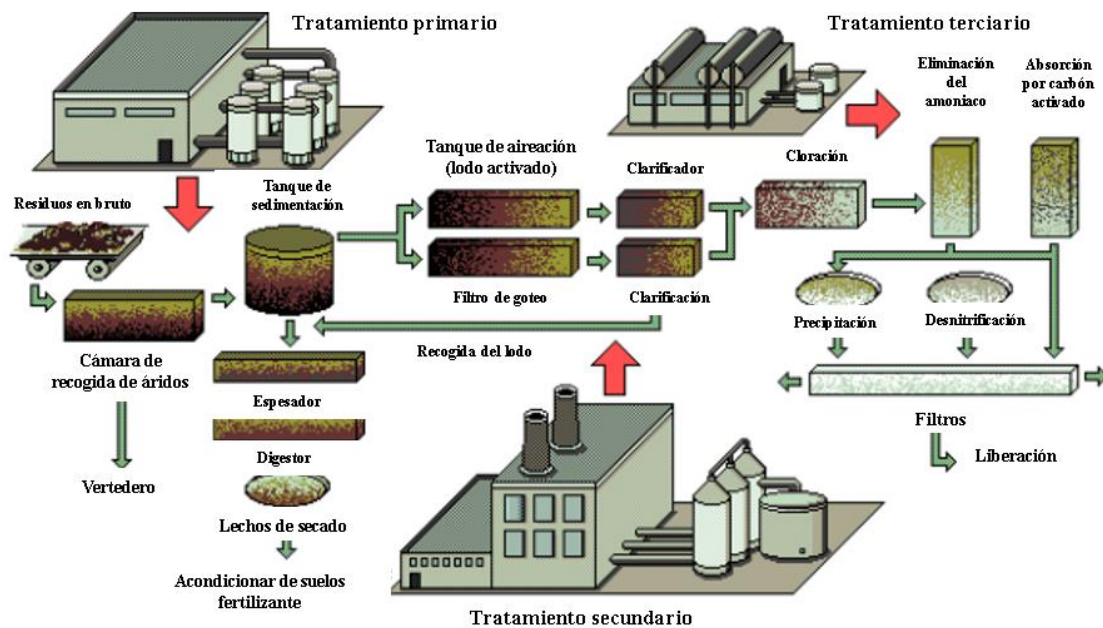


Ilustración 1-2: Proceso básico en el tratamiento de aguas residuales.

Fuente: Arias, 2020

1.2.4. Metales Pesados

Los metales pesados son elementos metálicos, se caracterizan por poseer una densidad superior a 5 g/cm^3 . En bajas concentraciones se consideran elementos trazas y algunos son esenciales para

la sobrevivencia de los seres vivos. No obstante, al encontrarse en concentraciones elevadas, pueden ser nocivos y tóxicos para los seres vivos y el medio ambiente (Caviedes et al., 2015, pág. 14). La implementación de metales pesados en las industrias ha generado altas concentraciones en medios acuáticos y terrestres. En la Tabla 1-1 se muestran algunas industrias, los metales que utilizan en sus procesos y la contaminación que generan (Caviedes et al., 2015, pág. 14).

Tabla 1-1: Principales actividades industriales y su contaminación con metales pesados.

Industria	Metales	Contaminación Derivada
Minería de metales ferrosos	Cd, Cu, Ni, Cr, Co, Zn	Drenaje ácido de mina, relaves, escombreras
Extracción de minerales	As, Cd, Cu, Ni, Pd, Zn	Presencia en las menas como en los subproductos
Fundición	As, Cd, Pb, Tl	Procesado del mineral para la obtención de metales
Metalúrgica	Cr, Cu, Mn, Pb, Sb, Zn	Procesado térmico de metales
Aleaciones y aceros	Pb, Mo, Ni, Cu, Cd, As, Te, U, Zn	Fabricación, eliminación y reciclaje de metales. Relaves y escoriales.
Gestión de residuos	Zn, Cu, Cd, Pb, Ni, Cr, Hg, Mn	Incineración de residuos o en lixiviados
Corrosión metálica	Fe, Cr, Pb, Ni, Co, Zn	Inestabilidad de los metales expuestos al medio ambiente
Galvanoplastia	Cr, Ni, Zn, Cu	Los efluentes líquidos de procesos de recubrimientos
Pinturas y pigmentos	Pd, Cr, As, Ti, Ba, Zn	Residuos acuosos procedentes de la fabricación y el deterioro de la pintura vieja.
Bacterias	Pb, Sb, Zn, Cd, Ni, Hg	Fluido de la pila de residuos, la contaminación del suelo y las aguas subterráneas.
Electrónica	Pb, Cd, Hg, Pt, Au, Cr, As, Ni, Mn	Residuos metálicos acuosos procedentes de la fabricación y reciclaje,
Agricultura y Ganadería	Cd, Cr, Mo, Pb, U, V, Zn, As, Mn, Cu	Contaminación de escorrentía, aguas superficiales y subterráneas, la bioacumulación planta.

Fuente: Caviedes et al., 2015.

1.2.4.1. *Cromo*

El cromo es un metal presente en la naturaleza, puede formar distintos compuestos químicos en combinación con otros elementos. Se halla en forma iónica con valencia +2, +3 o +6. El Cr (III) forma parte esencial en el metabolismo humano (Galvao, 1987, págs. 1-8) es usado en aplicaciones médicas, metalúrgicas, entre otros. Sin embargo, el exceso causa modificaciones en la asimilación de las grasas, diabetes, problemas de corazón e irritaciones cutáneas. Por otro lado, el Cr (VI) es un compuesto anhídrido obtenido a partir del proceso de curtido, es considerado altamente nocivo y cancerígeno (Martínez, 2016, pág. 20), entre sus efectos causa sangrado de nariz, malestar estomacal, inmunodeficiencia, daño en el ADN (Molina et al., 2010, págs. 81-83).

En las empresas dedicadas a la fabricación de cuero, es común el uso de sales de cromo para completar el proceso de ablandado y evitar la descomposición de la materia prima. El problema ocurre en la adhesión parcial del cromo, que tras su lavado es desechado en el agua permanece como Cr (III) y Cr (VI). El cromo hexavalente se halla en pequeñas proporciones en el medio. Las aguas producidas en el curtido contienen mayor cantidad cromo trivalente (Medina & Pozo, 2013, pág. 86).

1.2.5. *Curtido de cuero*

La curtición del cuero es un proceso que abarca varias etapas, en la Ilustración 1-3 se muestra detalladamente cada una de dichas etapas. Las sales de cromo en el proceso de curtido actúan como agentes fijadores de colágeno en pieles de animales bovinos, ovinos y porcinos (Chávez, 2010, págs. 44-45).

La piel después de ser depilada es llevada a una máquina divisora para su reacción con Cr^{+3} en un medio alcalino (HCl), las fibras de colágeno interactúan con el cromo para obtener un material resistente. En la actualidad el 80 % de las industrias utilizan este proceso (MAATE, 2011, págs. 127-131; Flores & Mayo, 2021, págs. 9-10).

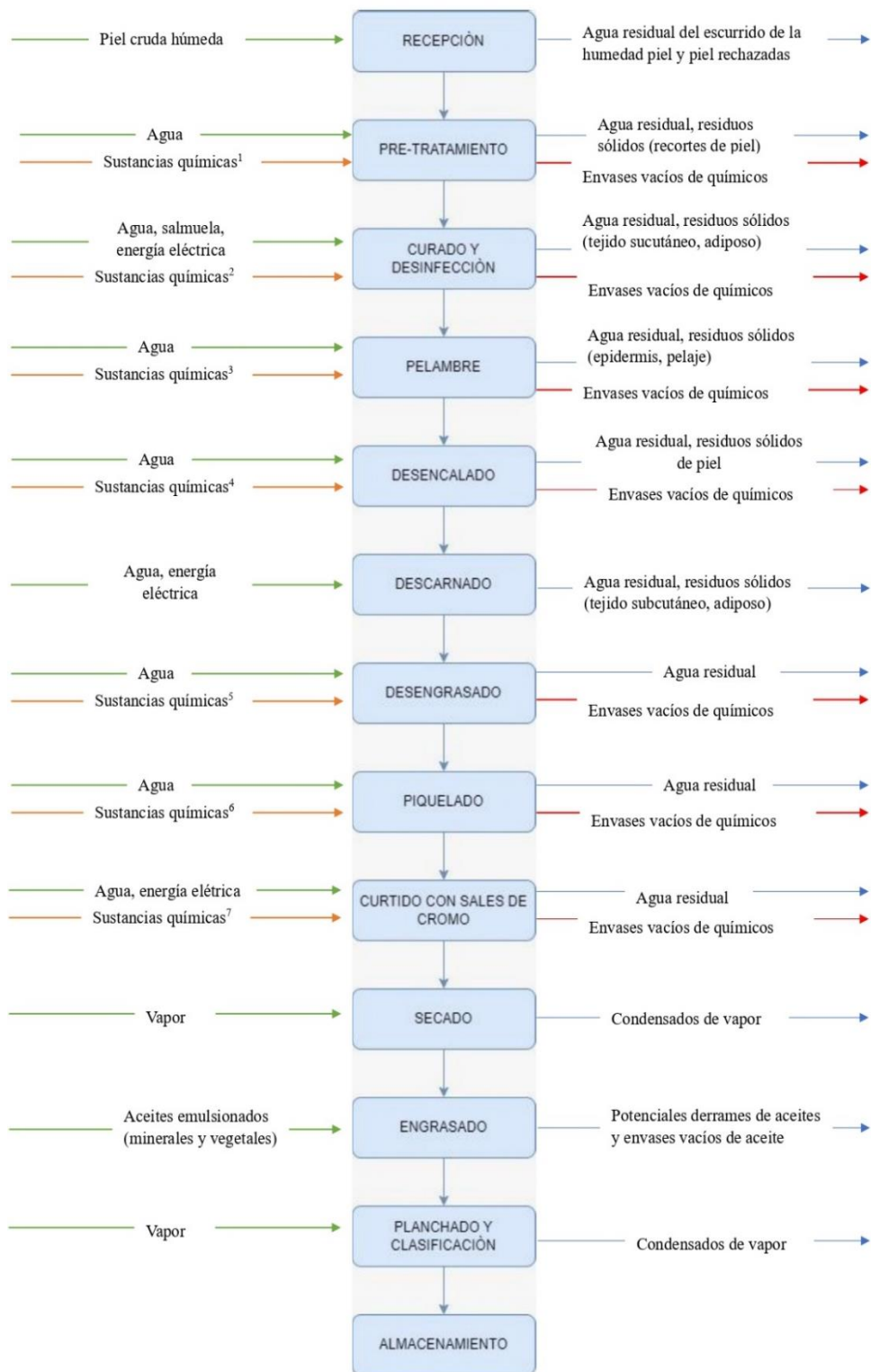


Ilustración 1-3: Diagrama de flujo del proceso de curtido con sales de cromo. **Nota:** 1= hidróxido e hipoclorito de sodio y detergentes, 2 = ácido fenicol, ácido bórico, sulfato de sodio, bicloruro de mercurio, 3=cal y cloruro de sodio, 4 = ácido sulfúrico, 5 = monoclorobenceno, percloroetileno, cloruro de amonio, detergente, 6 = ácido fórmico, ácido sulfúrico, 7 = sales de cromo y ácido clorhídrico.

Fuente: MAATE, 2011

Una vez realizado el proceso, el cuero es retirado, escurrido y dividido para la obtención de “wet blue”, producto de color verde azulado característico de sulfato de cromo. El cuero al secarse pasa por procesos de ablandamiento, consecutivamente atraviesa rodillos de pintura y túneles a temperaturas que permiten su secado. Finalmente, para el acabado se recubre la piel con aceites emulsionantes (Flores & Mayo, 2021, págs. 9-10).

El agua y las sustancias químicas son fundamentales en el tratamiento de la piel en cuero. Sin embargo, es importante señalar que, como en cualquier etapa del proceso la generación de agua residual es inevitable. El impacto ambiental de la empresa de curtido tiene porcentaje de afectación del 19.3 % en la calidad del agua (MAATE, 2011, págs. 134-136).

1.2.6. Magnetita

La magnetita es un mineral de hierro, se encuentra en pequeñas cantidades en rocas ígneas, y en ocasiones forma parte de la masa de rocas con elevada cantidad de titanio (titaníferas) y metamórficas cristalinas. También es común encontrarla en arenas negras de las costas. Químicamente, posee una fórmula de Fe_3O_4 (ferrita) o FeFe_2O_4 , constituido por 27.6 % de O y 72.4 % de Fe. Su estructura cristalina es cúbica centrada en las caras FCC de espinela inversa con una distancia interatómica de $a=8.40 \text{ \AA}$ (Noval et al., 2017, pág. 43) como se muestra en la Ilustración 1-4.

La celda unitaria exhibe propiedades de gran interés, debido a la presencia de 16 átomos de hierro en forma férrica y 8 átomos en ferrosa. En consecuencia, provoca que la estructura presente una magnetización única. Los 32 átomos de O^{2-} , se encuentran organizados cúbicamente a lo largo del plano 110, mientras que los cristales de magnetita se empaquetan uniformemente en capas octaédricas y tetraédricas a lo largo de toda la extensión del plano 111 (Gawande et al., 2013, pág. 3372).

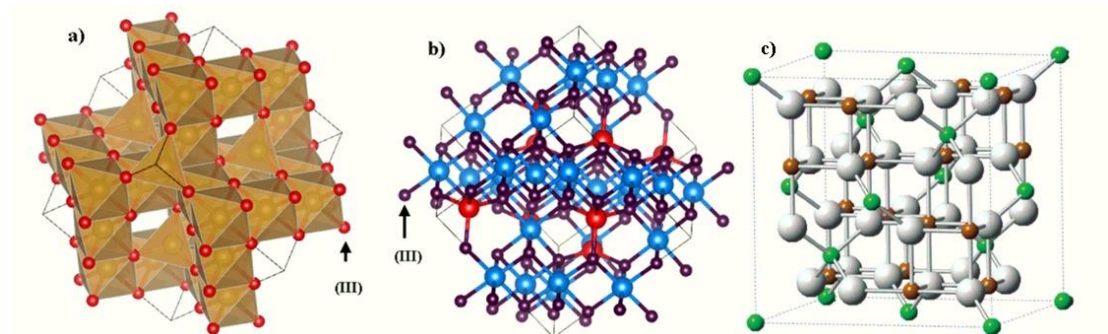


Ilustración 1-4: Estructura de la magnetita (a) poliédrico, (b) celda unitaria, (c) cristalina: Fe^{2+} átomos verdes, Fe^{3+} átomos marrones y O^{2-} átomos grises.

Fuente: Rojas, 2016; Gawande, 2013

La magnetita es un óxido mixto, utilizado para la adsorción de metales. Este material posee propiedades magnéticas únicas que le permiten separarse efectivamente de los metales adsorbidos mediante un método conocido como decantación magnética, lo que lo hace propicio para usarse como catalizador. A un tamaño menor a 20 nm y por debajo de la temperatura de Curie presenta un comportamiento superparamagnético, esto le permite convertirse en un semiconductor tipo p o n al sustituir total o parcialmente sus iones $2+$ por Zn, Mn, Co u otros iones divalentes, formando una estructura de espinela inversa empaquetada en el plano, donde los electrones imprevistos saltan a espacios octaédricos generando la conductividad del material (Ganapathe et al., 2020, págs. 9-10; Gawande et al., 2013, pág. 3372; Otero, 2014, pág. 2).

Louis Néel estudio el comportamiento de nanopartículas magnéticas, con el objetivo de explicar el superparamagnetismo. Expuso que las regiones de materiales magnéticos denominados dominios, constituyen zonas con un índice de refracción constante y propiedades magnéticas separadas por paredes (Bloch y Néel). Estas paredes se forman con un elevado costo energético, no obstante, la energía puede reducirse con el cambio en la orientación de los spines. Aunque el espesor de estas paredes tiende al infinito para reducir la energía, la alta anisotropía lo conduce a una condición mínima de energía. En consecuencia, la energía de campo es desmagnetizante, causando que la formación de los dominios magnéticos reduca la energía mediante la unión de un polo negativo y positivo. Sin embargo, si se crean las paredes de los dominios las líneas de campo se cierran. Esto sugiere que las partículas son esféricas y poseen un radio crítico que no permite establecer paredes, posicionando a la partícula como monodominio en la naturaleza (Otero, 2014, págs. 1-2).

Las partículas de magnetita a nivel nanométrico poseen una estructura de un dominio único, que fluctúa en variación de la temperatura y presentan una propiedad ferromagnética. A esto se atribuye, que los materiales ferromagnéticos poseen características de retentividad (magnetización que permanece aun cuando no está expuesto a un campo magnético) y coercitividad (resistencia a la desmagnetización). Cuando las partículas de magnetita pasan a nana escala el número de spines por intercambio aumenta a su orientación original, esto provoca el superparamagnetismo. Cabe mencionar, que a temperaturas elevadas la reorientación de los spines ocurre más rápido (Ganapathe et al., 2020, págs. 2-4).

1.2.7. Residuos agroindustriales

En la cadena de producción alimenticia se generan residuos, que en la mayoría de los casos no se reincorporan al proceso o no son utilizados. Por ejemplo, en las industrias dedicadas a la producción de azúcar, se obtiene como subproducto cachaza y bagazo de la caña, con porcentajes

considerables de compuestos nitrogenados y fósforo. Por lo tanto, se considera un material propicio para la elaboración de composta, aportando nutrientes importantes en el suelo. Otro ejemplo, es el residuo de la pulpa de café que se usa en la generación de biogás o biodiésel y, en el tratamiento de aguas residuales (Rosas et al., 2016, págs. 18-21).

La composición química de los residuos agroindustriales depende del proceso de manufacturado y la materia prima utilizada. La mayoría de los residuos son materiales con porcentajes altos de celulosa, hemicelulosa y lignina (Vargas, 2018, pág. 61).

1.2.7.1. Tusa de maíz

La planta de maíz pertenece a la especie *zea mays* como se muestra en la Tabla 1- 2, alcanza de 2 a 2.50 metros de altura. Su tallo tiene entrenudos muy cortos desde las raíces hasta los brotes laterales, en la parte superior los entrenudos son cilíndricos y, las hojas se constituyen de vaina, cuello y lámina. Las mazorcas presentan una espiga compacta protegida por hojas (Ortigoza et al., 2019, págs. 15-18).

Tabla 1-2: Taxonomía de la planta de maíz

Taxonomía del maíz	
División	<i>Macrophyllphyta</i>
Subdivisión	<i>Magnoliophytina</i>
Clase	<i>Nymphaespsida</i>
Orden	<i>Poales</i>
Familia	<i>Paoceace</i>
Género	<i>Zea</i>
Especie	<i>Zea mays L.</i>

Fuente: Palomino, 2020.

La tusa es un subproducto del maíz, caracterizado por ser un tronco tubular sujeto a la planta por la parte inferior, de 3 cm de largo y 1 cm de diámetro en el que se superponen las hojas, una tras otra formando una capa. En algunas regiones es utilizada como combustible para encender hogueras (Palomino, 2020, pág. 11), en la generación de electricidad por gasificación (Lesme et al., 2020, págs. 2-8) y para minimizar el desgaste del suelo con rendimientos bajos (Trujillo, 2016, pág. 8).

Posee una coloración blanda y esponjosa, compuesta por 45 % de celulosa, 35 % de hemicelulosa y 15 % de lignina. El xilano constituye el componente principal de la hemicelulosa y posee heteroxilanos complejos con enlaces β -1,4. La xilosa, arabinosa, galactosa y ácido glucurónico son esenciales en la formación de xilano (Trujillo, 2016, pág. 8).

1.3. Bases Conceptuales

1.3.1. *Compositos magnéticos*

Los compositos magnéticos están constituidos de partículas magnéticas de tamaño nano o micro impregnadas en matrices poliméricas de origen natural o sintéticas; las partículas pueden distribuirse de manera uniforme o en grupos con el objeto de formar estructuras columnares o en cadena (Lara, 2019, pág. 40).

1.3.2. *Biosorción*

Fenómeno de adsorción y absorción de metales o iones usando materia biológica viva o muerta, tal como; hongos, bacterias, cáscaras de frutas, bagazos, entre otros. El proceso de biosorción se basa en el paso del agua residual proveniente del sector industrial a través de la biomasa. Las proteínas, carbohidratos y componentes fenólicos de los grupos amino, fosfato y otros compuestos, son elementos esenciales para que ocurra la captación de metales (Tejada et al., 2015, págs. 3-4).

Se distinguen 3 tipos de adsorción; el de tipo eléctrico basada en el *intercambio iónico*, donde los iones o metales forman enlaces con otros iones y se agrupan en la superficie del adsorbente. La *fisisorción*, un proceso físico rápido y reversible, que consiste en la unir iones con la superficie del adsorbente mediante interacciones débiles (fuerzas de Van Der Waals) y la *quimisorción* ocurre cuando las moléculas adsorbidas con mayor concentración se enlazan a los centros activos de la biomasa. Es importante mencionar, que también se utilizan otros mecanismos de adsorción como: la precipitación y complejación (Rodríguez, 2021, págs. 23-26).

1.3.3. *Tusa de maíz como biosorbente*

Los residuos agroindustriales ofrecen buenas perspectivas en el tratamiento de aguas residuales. Esto se debe a su disponibilidad, abundancia y renovabilidad (Gómez, 2019, pág. 33). En el 2022, la producción de maíz fue de 1642131 TON en el Ecuador, cuyo principal destino de exportación fue Estados Unidos (Corporación Financiera Nacional, 2023, págs. 4-10). En la Ilustración 1-5 se muestra el área cultivada en el período 2018-2022.

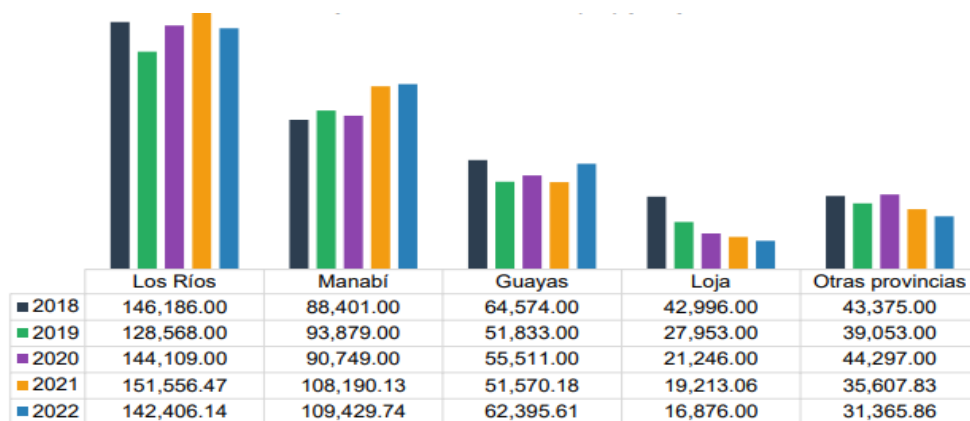


Ilustración 1-5: Extensión de cultivo de maíz (ha) por provincia en Ecuador 2022.

Fuente: Corporación Financiera Nacional, 2023

Las cifras demuestran que el maíz es un producto predominante en el mercado. En consecuencia, a su producción masiva, la generación de residuos como la tusa de maíz es de igual proporción. Balseca (2017, pág. 20) utilizó tusa de maíz para remover plomo divalente (Pb^{2+}). La máxima remoción se alcanzó bajo una concentración inicial de 100 ppm, pH 4, tamaño de partícula 0.5 mm y a 20 °C, removiendo hasta un 91.31 %.

1.3.4. Factores que influyen en el proceso de adsorción

1.3.4.1. pH

El pH puede influir en el proceso de biosorción de tres diferentes formas. Primero, modificando el estado químico del sitio activo del biosorbente favoreciendo o no a la atracción de cargas entre los iones y los sitios activos de la biomasa. Segundo, el deterioro de la estructura del biosorbente debido a valores extremos de pH. El último, afecta la especiación del metal provocando que los iones de hidrógeno compitan con los iones metálicos por ocupar un lugar en los sitios activos del adsorbato. Este efecto varía para cationes y aniones, a un pH de 4.5 la biosorción de cationes es favorecida, mientras que la biosorción se ve favorecida cuando el pH se encuentra entre 1.5 y 4 (Gómez, 2021, págs. 26-28).

1.3.4.2. Cantidad del material adsorbente

La dosis del adsorbente tiene mayor importancia que el pH del medio, ya que proporciona mayor cantidad de sitios activos para la captura de iones, lo que a su vez aumenta la capacidad de adsorción (Chugñay, 2019, pág. 40; Basso & Cukierman, 2003, pág. 3). Es importante establecer una dosis óptima para que ocurra la adsorción.

1.3.4.3. *Tamaño de la partícula*

Las partículas de tamaños pequeños se caracterizan por poseer mayor superficie de contacto, es decir; a menor tamaño de partícula, mayor área superficial. En consecuencia, incrementa la cantidad de sitios activos disponibles permitiendo que los iones metálicos queden adheridos a la superficie y se difundan con facilidad en el interior del material adsorbente. Es importante destacar, que se homogenizan con la solución lo que asegura un contacto uniforme entre la biomasa y los iones que, a su vez optimiza la adsorción (Gómez, 2021, pág. 29).

1.3.4.4. *Concentración inicial del contaminante*

La capacidad de adsorción depende directamente de la concentración inicial del contaminante, es decir, si la concentración inicial aumenta, la cantidad de los iones metálicos incrementa (Oré et al., 2015, pág. 126).

1.3.4.5. *Hidrólisis de la biomasa*

El tratamiento previo del material lignocelulósico es crucial para la eficiencia y aprovechamiento de los carbohidratos contenidos en la biomasa, este proceso implica la ruptura de la matriz lignocelulósica. Esta etapa es necesaria, dado que los diversos productos lignocelulósicos no se ven afectados por enzimas o microorganismos debido a la composición y estructura fisicoquímica de las mismas (Viñals et al., 2012, pág. 9).

1.3.4.6. *Lecho fijo y curvas de ruptura*

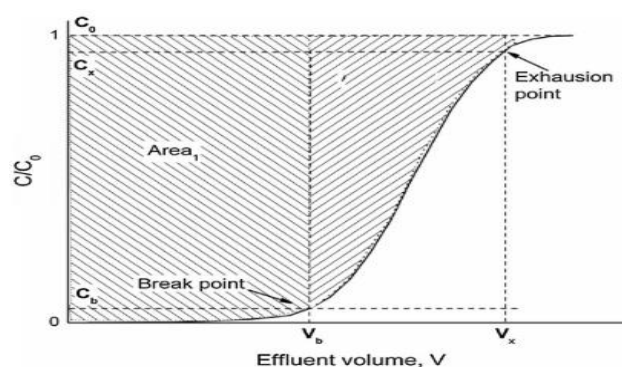


Ilustración 1-6: Curva de Ruptura.

Fuente: Himanshu, 2019

Nota: C_b punto de quiebre del adsorbato; C_x concentración de punto de agotamiento; V_b y V_x volumen de efluente en función de la concentración de C_b ; PSZ zona de sorción primaria; S

longitud constante; t_x tiempo total necesario que para la zona de sorción se determine; t_s tiempo necesario para que no ocurra ningún movimiento en la zona de intercambio; U_z velocidad en la zona de intercambio con un desplazamiento hacia arriba o abajo en el lecho y; F el coeficiente de relación inversa del adsorbato en la zona de adsorción.

En un sistema de lecho fijo, el fluido pase libremente a través del material particulado de forma invariable. Esto asegura que la cantidad del material en la columna y su porosidad sean constante durante el proceso. Es importante tomar en cuenta que, el tiempo, espacio y tamaño de la columna son factores controlables de la saturación de la columna. Las desventajas para una columna de lecho es su alta probabilidad a la caída de presión y la formación de suspensiones. En cambio, las curvas de ruptura son herramientas esenciales para evaluar la eficacia de la columna de adsorción, ya que representan la relación inversa que existe entre concentración final del adsorbato en tiempo establecido y la concentración inicial a medida que avanza el tiempo (Plaza, 2012, págs. 23-25), en la Ilustración 1-6 se muestra un ejemplo de una curva de ruptura.

1.3.5. Construcción del proceso de adsorción de Cr en columna de lecho fijo

Las curvas de ruptura para columnas de lecho fijo representan la cantidad del metal retenido, y se expresa como la relación entre la concentración de salida y entrada de la columna (C/C_0) en función del tiempo de operación o el volumen. Esta representación gráfica describe el funcionamiento de la columna (Calero et al., 2012, pág. 177). En la Tabla 1-3 se muestran las variables de operación para el desempeño de una columna.

Tabla 1-3: Detalles de los parámetros de operación en el modelo de adsorción en columna de lecho fijo.

Variables de Operación	Fórmula	Parámetros
Volumen del efluente	$v_{ef} = Q \cdot t_{total}$	V_{ef} , volumen de efluente Q , cuadal de la columna T_{total} , tiempo total
Cantidad total de metal retenido	$q_t = \frac{Q}{1} \int_{t=0}^{t=t_{total}} C_R dt$	q_{total} , capacidad máxima de adsorción en la columna
Cantidad total de metal que pasa a través de la columna	$m_{total} = \frac{C_i \cdot Q \cdot t_{total}}{1000}$	m_{total} , cantidad total del metal que pasa por la columna
Porcentaje de metal retenido	$\%R = \frac{q_{total}}{m_{total}} \cdot 100$	$\% R$, porcentaje del metal retenido en el material adsorbente
Capacidad de biosorción	$q_e = \frac{q_{total}}{W}$	q_e , capacidad de adsorción W , masa del adsorbente
Concentración de equilibrio	$C_e = \frac{m_t - q_t}{v_{ef}} \cdot 1000$	C_e , concentración en el equilibrio.

Fuente: Calero et al., 2012.

1.3.6. Modelos de adsorción en columna

Los modelos de adsorción representan correlaciones matemáticas basadas en dispersión axial, transferencia de masas, difusión intraparticular e isothermas no lineales que se emplean en columnas de lecho fijo. Por tanto, se han desarrollado varios modelos matemáticos que evalúan la eficacia y viabilidad, en la Tabla 1-4 se detalla los modelos, ecuaciones lineales y parámetros (Himanshu, 2019, pág. 5).

Tabla 1-4: Detalles de los modelos de adsorción en columna y la variación de sus parámetros en el modelo de adsorción en columna.

Column adsorption model	Linear equation	Plot	Parameter of model
Thomas model (TH)	$\ln \left[\left(\frac{C_0}{C_t} \right) - 1 \right] = \frac{k_{TH} q_0 m}{Q} - \frac{k_{TH} C_0 v_{eff}}{Q}$	$\ln \left[\left(\frac{C_0}{C_t} \right) - 1 \right]$ versus time	k_{TH} q_0
Bed Depth service time model (BDST)	$t = \frac{N_0}{C_0 F} Z - \frac{1}{k_{BDST} C_0} \ln \left(\frac{C_0}{C_t} - 1 \right)$	Bed height versus time	N_0 k_{BDST}
Adam and Bohart model (ABM)	$\ln \left[\left(\frac{C_0}{C_t} \right) - 1 \right] = k_{AB} N_0 \frac{z}{u} - k_{AB} C_t t$	$\ln \left[\left(\frac{C_0}{C_t} \right) - 1 \right]$ versus time	k_{AB} N_0
Yoon-Nelson model (YNM)	$\ln \left(\frac{C_t}{C_0 - C_t} \right) = k_{YN} t - \tau k_{YN}$ $q_{OYN} = \frac{q_{(total)}}{X} = \frac{C_0 Q \tau}{1000 x} = \frac{1/2 C_0 \left[\left(\frac{Q}{1000} \right) X 2 \tau \right]}{x}$	$\ln \left(\frac{C_t}{C_0 - C_t} \right)$ versus time	k_{YN} τ
Clark model (CM)	$\frac{C_t}{C_0} = \frac{1}{(1 + A e^{-rt})^{1/(n-1)}}$	$\frac{C_t}{C_0}$ versus time	A R
Wolborska model (WM)	$\ln \left(\frac{C_t}{C_0} \right) = \frac{\beta C_0 t}{N_0} - \frac{\beta Z}{U}$	$\ln \left(\frac{C_t}{C_0} \right)$ versus time	β N_0
Modified dose response model (MDRM)	$\ln \left(\frac{C_t}{C_0 - C_t} \right) = a \ln (C_0 Q) - a \ln (q_{mdr} m)$	$\ln \left(\frac{C_t}{C_0 - C_t} \right)$ versus $\ln (C_0 Q)$	A B

Fuente: Lee et al., 2015; Biswas & Mishra, 2015; citados en Himanshu, 2019.

1.3.6.1. *Modelo de Wolborska*

Detalla la relación de dispersión de la concentración en la columna empaquetada (lecho) (Himanshu, 2019, pág. 5). Cuando la velocidad del flujo aumenta, se genera mayor turbulencia, lo que a su vez reduce la barrera lo que incrementa la interacción que existe entre la solución y el material adsorbente. En consecuencia, el coeficiente cinético de transferencia de masa (β) aumenta, mientras que la capacidad de adsorción (N_0) resulta eficiente al aumentar la altura del lecho fijo (dosis del material adsorbente). Es importante mencionar, que este modelo se utiliza cuando se tiene relaciones C/C_0 menores a 0.2 (Castellar, 2012, pág. 29).

1.3.7. *Espectroscopía Infrarroja de Reflectancia Total Atenuada (IR-ART)*

La espectroscopia infrarroja de reflectancia total atenuada (IR-ATR) emplea el fenómeno de la reflexión interna total. Un haz de radiación infrarroja genera un ángulo por la incidencia entre la muestra y el cristal, este ángulo es superior al ángulo crítico. El cristal al ser transparente, poco soluble en agua y de alto índice de refracción provoca que el haz de radiación se refleje varias veces, y sea absorbida por el material a analizar, lo que genera las señales de longitud de onda. La radiación atenuada resultante es detectada por el espectrómetro, que transforma la radiación absorbida en datos cuantificables que permiten reconocer los espectros de la muestra (Stuart, 2005, págs. 33-34; Contreras et al., 2010, pág. 2).

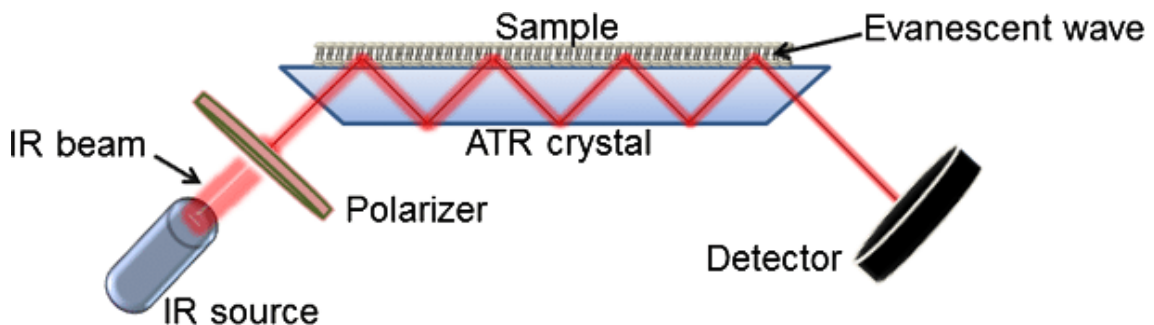


Ilustración 1-7: Componentes esenciales de un espectrómetro ATR-IR

Fuente: Ausili et al., 2015

1.3.8. *Microscopía Electrónica de Barrido (SEM/EDS)*

El microscopio electrónico de barrido (SEM) permite visualizar y caracterizar objetos sólidos que contiene metales y solidos orgánicos en una escala micro o nanométrica, las imágenes obtenidas muestran las superficies topográficas de las muestras analizadas. El funcionamiento del SEM se basa en la emisión un haz de electrones de alta energía (electrones secundarios, electrones retro

dispersados, electrones Auger, cátodo-luminiscencia, rayos X) que se irradia sobre la zona que se va a analizar (Cañazaca & Ccama, 2017, pág. 45; Goldstein et al., 2003, págs. 21-22; Portillo, 2018, pág. 33).

Los rayos X que provienen de la transición de electrones de las capas internas (capa K) de un átomo metálico, son analizados por el sistema de detección de rayos X (EDS), lo que permite realizar un análisis de la composición elemental y su proporción, además del mapeo de elementos en la muestra (Cañazaca & Ccama, 2017, pág. 45).

1.3.9. *Espectrofotometría de Absorción Atómica*

Las sustancias poseen una serie de niveles de energía que determinan si las frecuencias de radiación electromagnética van a ser absorbidas o emitidas. Las bandas espectrales proporcionan información cualitativa sobre la composición y estructura de la muestra analizar, esto es posible, gracias a la relación lineal entre la intensidad de una banda espectral específica y el número de moléculas o átomos involucrados en la transición. La espectrofotometría de absorción atómica mide cuantitativamente la cantidad metales en muestras relativamente pequeñas (Fifield & Kealey, 2000, págs. 274-276).

Este método ofrece rapidez y fiabilidad en la determinación de la cantidad de un elemento en la muestra, en algunos casos; una alta sensibilidad. Sin embargo, presenta algunas limitaciones; los metales se analizan por separado y, no es aplicable a no metales. Además, la mayor parte de las muestras líquidas o sólidas deben descomponerse para liberar el metal de interés y facilitar su detección (Gomis, 2008, pág. 2).

1.4. Bases Legales

1.4.1. *Ley orgánica de recursos hídricos, usos y aprovechamiento del agua*

Tiene como objetivo establecer normas legales que administren, regulen y gestión el uso del agua, bajo los principios de conservación ambiental, cuidado, prevención y productividad, siendo la preservación del ecosistema y consumo humano prioridad (ARCA, 2014, págs. 3-43).

1.4.2. *Ley orgánica de salud*

En el artículo 96 queda estrictamente prohibido cualquier tipo de actividad que ponga en peligro de contaminación el agua. De la misma manera, en el artículo 103 se prohíbe la descarga de aguas residuales en cuerpos de agua sin tratamiento previo (MSP, 2015, págs. 19-20).

1.4.3. Texto Unificado de Legislación Secundaria de Medio Ambiente (TULSMA)

Su propósito es prevenir y controlar la contaminación del agua, protegiendo la calidad del recurso para salvaguardar y preservar los usos asignados, la integridad de las personas, de los ecosistemas, sus interrelaciones y del ambiente en general. Los efluentes de desechos industriales deben ser tratados para regular la descarga y reducir el impacto ambiental (MAATE, 2015, págs. 1-14). En la Tabla 1-5 se mencionan los criterios de calidad que determina los límites permisibles de la concentración de Cr, bajo los parámetros establecidos, indicando que no se debe superar 0.05 mg/L.

Tabla 1-5: Criterios de calidad admisibles para la preservación de la vida acuática y silvestre en aguas dulces frías o cálidas, y en aguas marinas y de estuarios.

Parámetros	Expresadas como	Unidad	Criterio de calidad		
			Agua fría dulce	Agua cálida dulce	Agua marina y de estuario
Aluminio	Al	mg/L	0.1	0.1	1.5
Amoníaco	NH ₃	mg/L	0.02	0.02	0.4
Arsénico	As	mg/L	0.05	0.05	0.05
Bario	Ba	mg/L	1.0	1.0	1.0
Berilio	Be	mg/L	0.1	0.1	1.5
Difeniles policlorinados (PCBs)	Concentración total de PCBs	µg/L	1.0	1.0	1.0
Boro	B	mg/L	0.75	0.75	5.0
Cadmio	Cd	mg/L	0.001	0.001	0.005
Cianuros	CN	mg/L	0.01	0.01	0.01
Zinc	Zn	mg/L	0.18	0.18	0.17
Cloro	Cl ₂	mg/L	0.01	0.01	0.01
Clorofenoles		mg/L	0.5	0.5	0.5
Cobalto	Co	mg/L	0.2	0.2	0.2
Cobre	Cu	mg/L	0.02	0.02	0.05
Coliformes Fecales	NMP	mg/L	200	200	200
Cromo total	Cr	mg/L	0.05	0.05	0.05
Estaño	Be	mg/L			2.00
Fenoles monohídricos	Expresado como fenoles	mg/L	0.001	0.001	0.001

Grasas y aceites	Sustancias solubles en hexano	mg/L	0.3	0.3	0.3
Hidrocarburos Totales de Petróleo	TPH	mg/L	0.5	0.5	0.5
Hierro	Fe	mg/L	0.3	0.3	0.3
Manganeso	Mn	mg/L	0.1	0.1	0.1
Materia Flotante	Visible		ausencia	ausencia	Ausencia
Mercurio	Hg	mg/L	0.0002	0.0002	0.0002
Níquel	Ni				
Oxígeno Disuelto	OD	mg/L	>80 % OD Saturación	>60 % OD Saturación	>60 % OD Saturación
Piretroides	Concentracion de piretroides	mg/L	0.05	0.05	0.05
Planguicidas organoclorados totales	Organoclorados totales	µg/L	10.0	10.0	10.0
Planguicidas organofosforados totales	Organofosforado total	µg/L	10.0	10.0	10.0
Plata	Ag	mg/L	0.01	0.01	0.01
Plomo	Pb	mg/L			0.01
Potencial de Hidrógeno	pH		6.5-9	6.5-9	6.5-9.5
Selenio	Se	mg/L	0.01	0.01	0.01
Sulfuro de Hidrógeno	H ₂ S	mg/L	0.0002	0.0002	0.0002
Temperatura	°C		Condiciones naturales +5	Condiciones naturales +5	Condiciones naturales +5
Tensoactivos	Sustancias activas al azul de metileno	mg/L	0.5	0.5	0.5

Fuente: MAATE, 2015.

CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO

El presente trabajo experimental, tiene como objetivo aplicar un compuesto de magnetita-tusa de maíz para remover Cr total en aguas residuales de curtiembre. Se tomó una muestra real proveniente de una empresa de curtiembre y, se desarrollaron dos muestras sintéticas a nivel de laboratorio. A continuación, se proporcionan los detalles del área de muestreo, reactivos, materiales y equipos utilizados durante el proceso de síntesis, la metodología experimental y enfoque estadístico de la investigación.

2.1. Ubicación del muestreo de agua residual



Ilustración 2-1: Ubicación de la Curtiduría Tungurahua

Realizado por Nuñez, E., Salguero, E., 2023.

El muestreo se realizó en la curtiduría Tungurahua, ubicada en la ciudad de Ambato, Parque Industrial, III Etapa, calle 8 y F. La muestra se recolectó después del proceso primario de los efluentes líquidos que se genera durante el curtido.

2.2. Materiales y Reactivos

2.2.1. *Materiales y Equipos*

Equipos

- Agitador vertical de paletas
- Espectrómetro de absorción atómica
- Espectrofotómetro FTIR-ATR
- Espectrofotómetro UV-Visible
- Conductímetro
- Agitador-calentador magnético
- Purificador de agua
- Estufa
- Balanza analítica
- Estufa eléctrica
- Sorbona

Materiales

- Vasos de precipitación de 50 mL, 100 mL, 250 mL y 600 mL
- Probeta graduada de 25 mL
- Pipeta graduada de 1 mL y 10 mL
- Embudo de separación de 125 mL
- Balones de aforo de 50 mL y 100 mL
- Vidrio reloj
- Tubos para centrífuga de 20 mL y 50 mL
- Papel filtro
- Imán
- Frascos ámbar
- Pinzas
- Pipeta volumétrica de 10 mL
- Matraz Erlenmeyer de 50 mL
- Frascos herméticos
- Soporte universal
- Pinzas para soporte universal
- Válvula de gas de alta presión
- Pipetas Pasteur 2 mL, 3 mL y 5 mL
- Paletas de cristal

- Espátula
- Fundas zipper

2.2.2. *Reactivos*

Hidrólisis de la tusa de maíz:

- Hidróxido de Potasio (KOH)
- Agua destilada
- Agua desionizada

Síntesis del compuesto magnetita – tusa de maíz:

- Hidróxido de Potasio (KOH)
- Nitrato de potasio KNO_3
- Sulfato de hierro heptahidrato ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
- Agua destilada
- Agua desionizada

2.3. Metodología Experimental

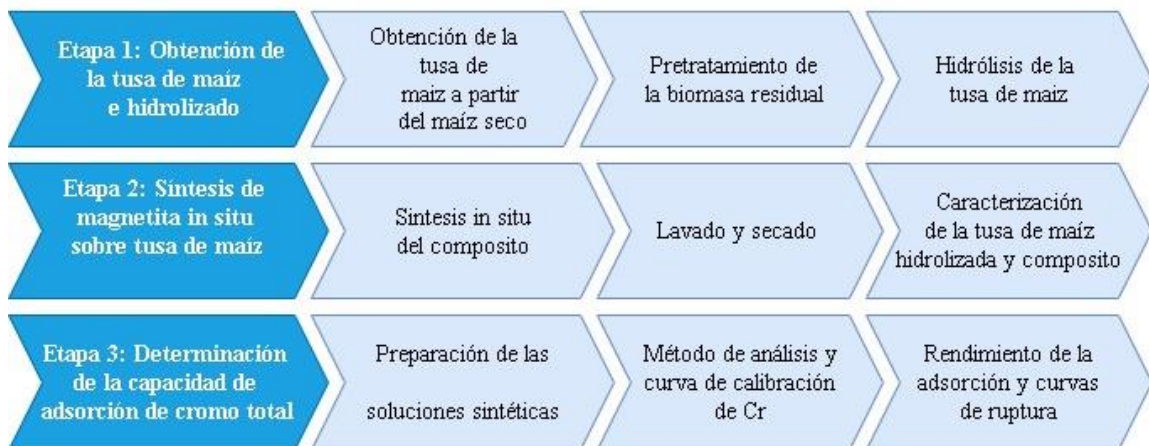


Ilustración 2-2: Etapas que sigue la metodología del trabajo experimental.

Realizado por Núñez, E., Salguero, E., 2023.

2.3.1. *Etapa 1: Obtención de la tusa de maíz hidrolizada*

2.3.1.1. *Obtención de la tusa de maíz*

El maíz fue recolectado de un cultivo situado en la comunidad Utuñag, dentro de la parroquia El Altar, cantón Penipe, provincia de Chimborazo. El maíz fue secado a temperatura ambiente

durante una semana, posteriormente, se desgranó el maíz seco y se obtuvo la tusa que se utilizó en combinación con la magnetita.

2.3.1.2. Pretratamiento de la biomasa residual

La tusa de maíz fue secada mediante la técnica de disposición en bandejas de aluminio. Estas bandejas fueron expuestas indirectamente a la radiación solar durante 7 días. Posterior a ello, se realizaron operaciones de trituración y tamizaje para obtener un tamaño de partícula de $<650 \mu\text{m}$.

2.3.1.3. Hidrólisis de la tusa del maíz

Se tomó 30 g de tusa de maíz pretratada, y se sumergió en una solución de KOH 0.1 M bajo sonicación por 30 minutos y reposo de 24 horas. La lignina de la biomasa actúa como pegamento que une las fibras, le proporciona dureza e hidrofobicidad. Para penetrar esta estructura y eliminar la lignina es necesario que el tamaño de la biomasa sea pequeño lo que aumenta el área de exposición, favoreciendo a la hidrólisis alcalina (Abril & Navarro, 2012, págs. 20-26). Además, este proceso rompe las cadenas de celulosa que conforman las fibras y habilita sitios activos en el material.

La tusa de maíz hidrolizada fue lavada hasta pH neutro y, finalmente secada a 50°C durante 48 horas. Las condiciones para llevar a cabo la hidrólisis se establecieron mediante estudios bibliográficos de Rodríguez (2021, págs. 42-43) y Cortes et al. (2013, pág.73).

2.3.2. Etapa 2: Síntesis de magnetita in situ sobre tusa de maíz

2.3.2.1. Síntesis de magnetita in situ sobre tusa de maíz

La síntesis de magnetita se desarrolló según lo propuesto por Schwertmann y Cornell (2000, págs. 135-136). El proceso comenzó con la sonicación de agua destilada durante 5 minutos. El agua sonicada se utilizó para preparar dos soluciones; una solución reductora de 1.30 g KOH y 0.30 g KNO_3 en 24 mL y, una solución de 120 mL con 2.30 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ junto con 5 g de tusa de maíz hidrolizada, la cual también se sometió a sonicación durante 5 minutos. Posteriormente, la solución enriquecida con hierro (Fe) y tusa de maíz hidrolizada se calentó en baño maría hasta alcanzar el punto de ebullición, manteniendo una agitación constante de 200 RPM y una atmósfera de nitrógeno (N). Finalmente, la solución reductora fue vertida lentamente sobre la solución enriquecida, manteniendo una agitación constante durante 40 minutos, seguido por un periodo de

reposo de 24 horas. En la Ilustración 2-4 se muestra un esquema del equipo que se utilizó en la síntesis del compuesto.

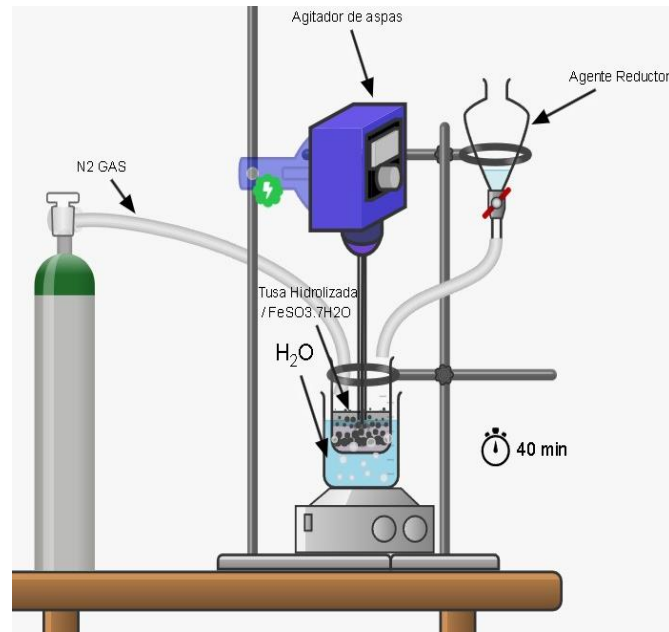


Ilustración 2-3: Esquema del equipo armado para la síntesis in situ sobre tusa de maíz.

Fuente: Nuñez, E., Salguero, E., 2023.

2.3.2.2. Lavado y secado del composito magnetita – tusa de maíz

El composito sintetizado fue puesto en frascos herméticos con agua desionizada previamente sonicada. Durante una semana, se midió la conductividad y se cambió el agua cada 24 horas con el propósito de eliminar los iones residuales procedentes de la síntesis, luego se eliminó el exceso de agua y, finalmente, fue colocado en un recipiente de aluminio desechable durante 48 horas a 30 °C en una estufa.

2.3.2.3. Caracterización del composito

Espectroscopia IR

El composito se analizó mediante espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier modelo Jasco FT/IR-4100 acoplado con auto muestreador de ATR a una longitud de onda entre 400 y 4000 cm^{-1} , con la finalidad de identificar los grupos funcionales más relevantes para su posterior uso como filtro de adsorción de Cr.

Para el análisis se trituro una pequeña cantidad de la muestra, y se ubicó en la celda del espectrómetro IR para su respectiva medición, la recolección de datos se realizó con la ayuda del software Spectra Manager.

Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Se tomó una determinada cantidad de muestra (composito antes y después del proceso de absorción con el agua residual real y sintética, tusa de maíz tratada) por separado utilizando cinta de carbono, las cuales se adhirieron a la porta-muestras. Posteriormente, fueron recubiertas con una capa de oro (Au) utilizando un equipo de recubrimiento de metalización marca DESK V/DentonVaccum presentado en la Ilustración 2-5. El Au disminuye la acumulación de carga estática, mejora la resolución, además de proteger y realzar el contraste de las imágenes.

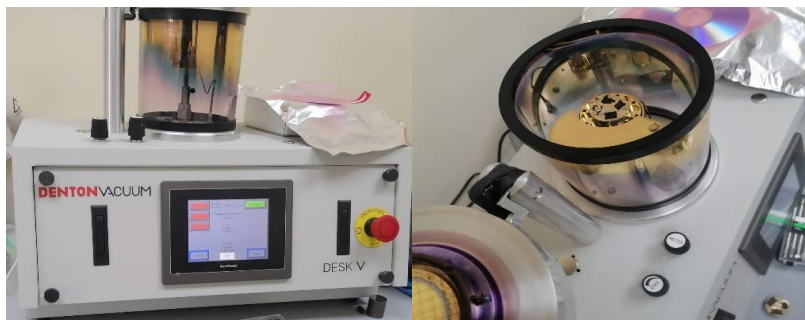


Ilustración 2-4: Equipo de recubrimiento de metalización DESK-V /DentonVaccum

Fuente: Nuñez, E., Salguero, E. 2023.

Una vez realizado la preparación de las muestras, se procedió a la caracterización. Este proceso se llevó a cabo en un equipo JSM-IT100 in TouchScopeTm dotado con EDS fabricado por JEOL (ver Ilustración 2-6). Ubicado en el Laboratorio de Resistencia de los Materiales, Facultad de Mecánic.



Ilustración 2-5: Equipo de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) JSM-IT100 /EDS- JEOL.

Fuente: Nuñez, E., Salguero, E., 2023.

Espectrofotometría de Absorción Atómica

Se analizó la cantidad de magnetita presente en el composito mediante espectrofotometría de absorción atómica. Para llevar a cabo este análisis, se tomó 0.5 g del composito y se llevó a digestión ácida con 10 mL de HNO₃ y agua a baja temperatura en un calentador magnético durante 6 horas.

Debido a la presencia de una mayor cantidad de materia orgánica, se enfrió la solución y adicionó 3 mL de H₂O₂ al proceso. La temperatura se mantuvo constante durante 2 horas, lo que aseguró una digestión completa de la muestra.

Una vez que la muestra se enfrió, se aforó en 100 mL. La curva de calibración se realizó con un estándar de Fe de 1000 ppm. Para preparar la solución madre de 10 ppm, se tomó 0.5 mL del estándar y se aforó en 50 mL de agua acidula, la cual se preparó con 2.5 mL de HNO₃ en 250 mL de agua destilada.

Las soluciones estándar se prepararon a partir de la solución madre, utilizando volúmenes de 1, 3, 5 y 10 mL, las cuales se aforaron en 50 mL de agua acidula. Posterior a ello, se midió la concentración de Fe en el espectrofotómetro de absorción atómica marca THERMO SCIENTIFIC ICE 3500. En la Tabla 2-1 se describen las concentraciones de las soluciones estándar y en la Tabla 2-2 las condiciones bajo las que se trabajó.

Tabla 2-1: Soluciones estándar de Fe junto con sus respectivos valores de concentración (ppm) para la construcción de la curva de calibración.

Estándar	Absorbancia	Concentración (ppm)
1	0.067	0.20
2	0.0356	0.60
3	0.0703	1.00
4	0.1327	2.00

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

Tabla 2-2: Parámetros de trabajo del equipo de espectrofotometría de absorción atómica.

Longitud de onda λ (nm)	248.3
Comburente-Combustible	Óxido Nitroso-Acetileno
Flujo de combustible (L/min)	4.0

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

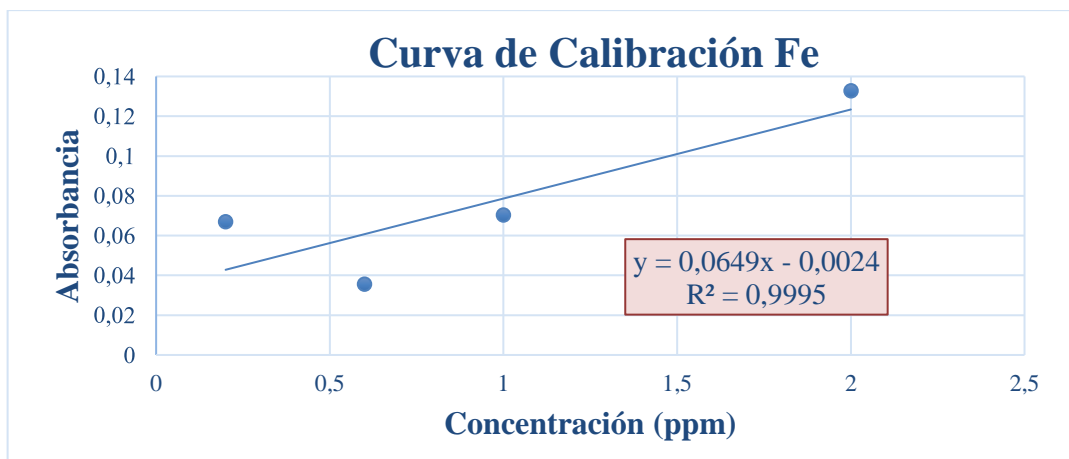


Ilustración 2-6: Curva de calibración realizada con los datos descritos en la Tabla 2-1.

Realizado por: Nuñez, E., Salguero, E., 2023.

2.3.3. Etapa 3: Determinación de la capacidad de adsorción de cromo total

Se llevaron a cabo ensayos en una columna continua donde se empaquetó 5 g del compuesto magnetita- tusa de maíz en una columna de lecho fijo con un diámetro de 2 cm y una velocidad de flujo de 0.22 mL/min para evaluar la capacidad de adsorción de cromo. Para los experimentos, se prepararon 2 soluciones sintéticas de 83 y 54 ppm, y una muestra real que atravesaron el compuesto en un tiempo de contacto de 2 horas por 6 ocasiones diferentes, información que se detalla en la metodología estadística. Las muestras fueron recolectadas en frascos ámbar y se extrajo 15 mL de cada muestra en cada uno de los tiempos preestablecidos en la Ilustración 2-7 se muestra el esquema del equipo armado.

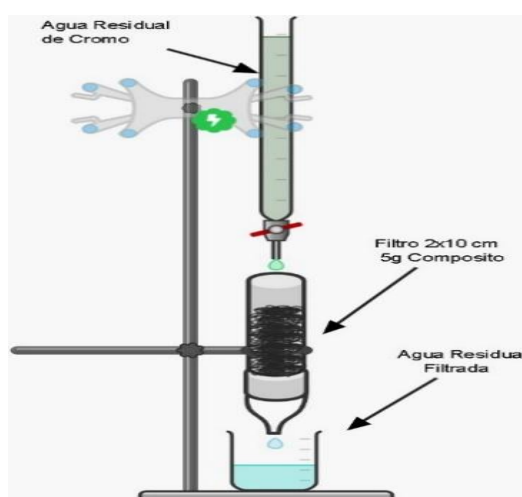


Ilustración 2-7: Esquema del equipo armado para la determinación de la capacidad de adsorción del compuesto.

Fuente: Nuñez, E., Salguero, E., 2023.

El proceso de adsorción se realizó utilizando soluciones estándar de Cr aforadas en 50 mL, las cuales fueron preparadas a partir de una solución madre de 20 ppm.

2.3.3.1. Preparación de las soluciones sintéticas

Se preparó dos soluciones de sulfato de cromo de 1 y 1.5 g en 1 L de agua destilada.



Ilustración 2-8: Preparación de agua residual sintética 83 y 54 ppm.

Fuente: Nuñez, E., Salguero, E., 2023.

2.3.3.2. Método de análisis y curva de calibración de Cr

Método de análisis

Para el análisis en el espectrofotómetro de adsorción atómica, las muestras se filtraron con filtros de 25 mm de fluoruro de polivinilideno (PVDF) de 0.22 y 0.45 μm , y se acidificaron con una gota de HNO_3 concentrado en cada muestra. Consecutivamente, se prepararon alícuotas de 2.5 mL aforadas en 25 mL de agua para las muestras de agua residual, mientras que para las muestras de las soluciones sintética el factor de disolución fue 1.00.

Curva de calibración de Cr

La curva de calibración se llevó a cabo utilizando un estándar de Cr de 100 ppm, a partir del cual se preparó una solución madre de 20 ppm aforada en 50 mL. Las soluciones estándar se prepararon tomando alícuotas 2, 3, 5 y 10 mL de la solución madre, y se ajustaron a un volumen final de 50 mL. Posterior a ello, se midió su concentración en el espectrofotómetro de absorción atómica. En la Tabla 2-3 se describen los parámetros utilizados en el equipo de absorción atómica y en la Tabla 2-4 las concentraciones de las soluciones estándares.

Tabla 2-3: Parámetros de trabajo del equipo de espectrofotometría de absorción atómica.

Longitud de onda λ (nm)	357.9
Comburente-Combustible	Óxido Nitroso-Acetileno
Flujo de combustible (L/min)	4.0

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

Tabla 2-4: Soluciones estándar de Cr junto con sus respectivos valores de concentración (ppm) para la construcción de la curva de calibración.

Estándar	Absorbancia	Concentración (ppm)
1	0.0470	0.80
2	0.0776	1.20
3	0.1281	2.00
4	0.2564	4.00

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

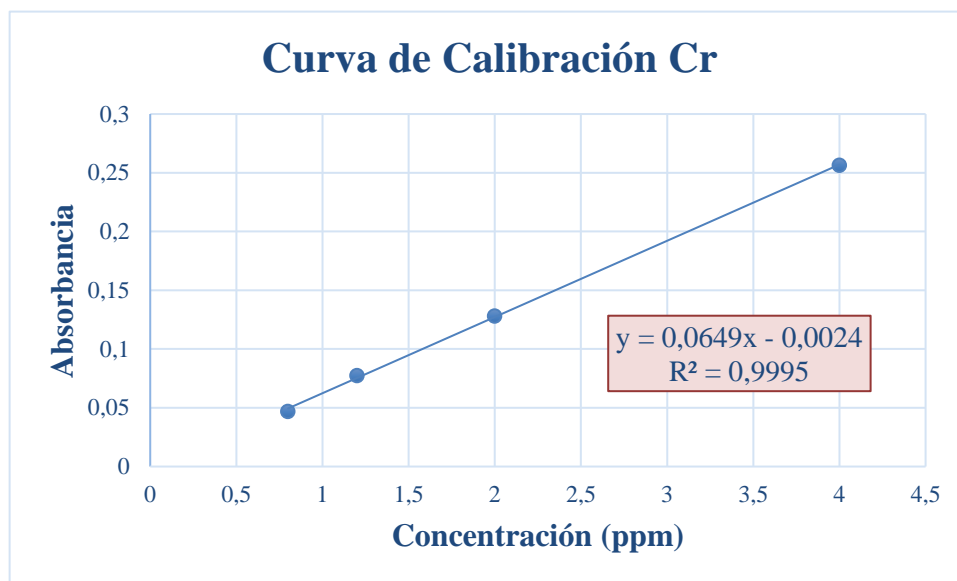


Ilustración 2-9: Curva de calibración realizada con los datos descritos en la Tabla 2-2.

Realizado por: Nuñez, E., Salguero, E., 2023.

2.3.3.3. Capacidad de adsorción, porcentaje de remoción y curvas de ruptura

Capacidad de adsorción

La capacidad de adsorción se describe en la siguiente ecuación.

$$q(t) = \frac{[C_o - C_t]V}{m}$$

Donde;

q_0 ; cantidad de iones metálicos adsorbidos por unidad de masa del material adsorbente (mg/g), C_0 ; concentración del punto inicial (mg/L), C_t ; concentración final en función del tiempo (mg/L), V ; volumen de la solución de iones metálicos (L) y m ; la cantidad de adsorbente utilizado (g) (Tejada, 2022, pág. 4).

Porcentaje de remoción

El porcentaje de remoción se describe como:

$$\%R = \frac{[C_0 - C_t]}{C_0} * 100$$

Donde;

C_0 ; concentración del punto inicial (mg/L), C_t ; concentración final en función del tiempo (mg/L).

Curvas de ruptura

Las curvas de ruptura del lecho fijo se ajustaron al modelo de Wolborska por regresión lineal, en un tiempo de contacto de 120, 240, 360, 480, 600 y 720 min, con una velocidad del flujo de 0.22 mL/min a distintas concentraciones iniciales y una altura del lecho de 9 cm. Los parámetros del modelo se determinaron a partir del intercepto y la pendiente.

2.4. Metodología estadística

2.4.1. Tipo de investigación

La investigación es de naturaleza experimental, y su objetivo es evaluar la eficiencia del composito magnetita-tusa de maíz para remover cromo. El estudio es de tipo aplicativo-explicativo, ya que existen antecedentes que indican la capacidad de adsorción tanto de tusa de maíz como de magnetita para adsorber metales. Sin embargo, no hay evidencia suficiente que determine que un composito formado de estos materiales exhibe una capacidad de adsorción superior, por lo que es necesario evaluar su eficiencia para remover Cr.

La sinergia de biomasa residual y materiales magnéticos en la adsorción de metales pesados es una solución eficaz y sostenible en el tratamiento de efluentes industriales. Por tanto, el propósito de la investigación es ampliar las técnicas de adsorción utilizadas en la remoción de Cr de los vertidos generados por la curtiembre. Esto se logra a través de medición y determinación de las

condiciones óptimas de concentración del contaminante, tiempo de ruptura, velocidad del flujo y altura del lecho fijo. En consecuencia, el estudio es de tipo cuantitativo, ya que busca obtener resultados cuantificables y numéricos que contribuyan a la aplicación efectiva de esta técnica. El proyecto de investigación sigue un diseño de investigación experimental enfocándose en valorar la adsorción de Cr, mediante ensayos en laboratorio. En cuanto al tipo de inferencia, se realizó bajo un enfoque deductivo.

2.4.2. Población de estudio

La población de interés se compone de tres categorías distintas de muestras de agua de curtiembre. La primera categoría abarca las muestras de agua residual real, obtenidas mediante un muestreo aleatorio de los tanques de almacenamiento después del proceso primario en la curtiembre Tungurahua. Las otras dos categorías se componen por muestras sintéticas, las cuales fueron preparadas cuidadosamente a nivel de laboratorio.

La combinación de las tres categorías en la población proporciona la base para realizar un análisis exhaustivo y significativo que proporcione información sobre la capacidad del composito para adsorber Cr.

2.4.3. Unidad de análisis

Es la concentración de cromo en ppm (mg/L).

2.4.4. Selección de la muestra

Se tomó una muestra de manera aleatoria del agua residual real después de haber completado el proceso primario del tratamiento. Adicionalmente, en un laboratorio, se prepararon 2 muestras sintéticas.

2.4.5. Tamaño de la muestra

Las muestras fueron recolectadas en envases de plástico tipo PET 2. El volumen tomado de la muestra de agua residual real fue de 5000 mL, mientras que el volumen de las aguas residuales sintéticas fue de 1000 mL por cada muestra.

2.4.6. *Diseño Experimental*

En el análisis de los datos recopilados en la presente investigación, se aplicó un nivel de significancia del 5 % para las pruebas estadísticas, con el objeto de evaluar el comportamiento de los datos relacionados con la concentración final de Cr en las muestras analizadas y determinar si los datos seguían una distribución normal. En consecuencia, se dio inició con una prueba de normalidad diseñada para muestras con un tamaño mayor a 50 (Kolmogórov-Smirnov), al no ajustarse a la distribución normal, se recurrió a un enfoque no paramétrico.

En la aplicación de pruebas no paramétricas, se utilizó la prueba de Kruskal-Wallis que evalúa las diferencias significativas entre los grupos que han sido analizados independientemente, pero en relación con una variable respuesta (datos ordinales o de rango) (Mckight & Najab, 2010, pág. 1). En la Tabla 2-5 se detalla los tratamientos, considerando tres réplicas por cada experimento.

Tabla 2-5: Descripción del diseño no paramétrico de la investigación.

Tiempo (min)	Agua	Etiqueta
120	Residual	ART1R1
120	Residual	ART1R2
120	Residual	ART1R3
240	Residual	ART2R1
240	Residual	ART2R2
240	Residual	ART2R3
360	Residual	ART3R1
360	Residual	ART3R2
360	Residual	ART3R3
480	Residual	ART4R1
480	Residual	ART4R2
480	Residual	ART4R3
600	Residual	ART5R1
600	Residual	ART5R2
600	Residual	ART5R3
720	Residual	ART6R1
720	Residual	ART6R2
720	Residual	ART6R3
120	sintética 83 ppm	RS15T1R1
120	sintética 83 ppm	RS15T1R2
120	sintética 83 ppm	RS15T1R3
240	sintética 83ppm	RS15T2R1

240	sintética 83 ppm	RS15T2R2
240	sintética 83ppm	RS15T2R3
360	sintética 83 ppm	RS15T3R1
360	sintética 83 ppm	RS15T3R2
360	sintética 83 ppm	RS15T3R3
480	sintética 83 ppm	RS15T4R1
480	sintética 83 ppm	RS15T4R2
480	sintética 83 ppm	RS15T4R3
600	sintética 83 ppm	RS15T5R1
600	sintética 83 ppm	RS15T5R2
600	sintética 83 ppm	RS15T5R3
720	sintética 83 ppm	RS15T6R1
720	sintética 83 ppm	RS15T6R2
720	sintética 83 ppm	RS15T6R3
120	sintética 54 ppm	RS1T1R1
120	sintética 54 ppm	RS1T1R2
120	sintética 54 ppm	RS1T1R3
240	sintética 54 ppm	RS1T2R1
240	sintética 54 ppm	RS1T2R2
240	sintética 54 ppm	RS1T2R3
360	sintética 54 ppm	RS1T3R1
360	sintética 54 ppm	RS1T3R2
360	sintética 54 ppm	RS1T3R3
480	sintética 54 ppm	RS1T4R1
480	sintética 54 ppm	RS1T4R2
480	sintética 54 ppm	RS1T4R3
600	sintética 54 ppm	RS1T5R1
600	sintética 54 ppm	RS1T5R2
600	sintética 54 ppm	RS1T5R3
720	sintética 54 ppm	RS1T6R1
720	sintética 54 ppm	RS1T6R2
720	sintética 54 ppm	RS1T6R3

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

CAPÍTULO III

3. MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

3.1. Etapa 1: Obtención de la tusa de maíz hidrolizada



Ilustración 3-1: Tusa de maíz en (a) condición natural, (b) triturada y tamizada.

Fuente: Nuñez, E., Salguero, E., 2023.

La tusa de maíz se obtuvo a partir del maíz seco, previamente desgranado y secado a temperatura ambiente. En la Ilustración 3-1 se muestra la biomasa residual, la cual fue triturada, se consideró que mientras más pequeño sea el tamaño de las partículas de la fibra, mayor será la capacidad de adhesión en la estructura porosa del material adsorbente utilizado. En consecuencia, se utilizó un tamiz $<650\mu\text{m}$ para tamizar la tusa de maíz triturada.

Posteriormente, la tusa de maíz tamizada se hidrolizó parcialmente con hidróxido de potasio (KOH) en un proceso denominado des-lignificación alcalina, que elimina la lignina presente mediante la adición de un agente alcalino que rompe los enlaces químicos del polímero, y los convierte en moléculas más pequeñas y solubles en agua (Cortes et al., 2013, págs. 74-75).

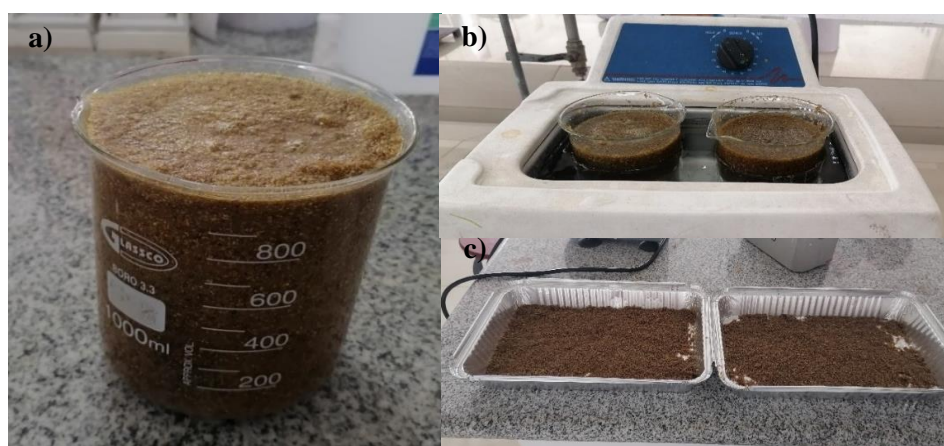


Ilustración 3-2: (a) Hidrolizado, (b) sonicada y (c) secado de la tusa de maíz.

Fuente: Nuñez, E., Salguero, E., 2023.

En la Ilustración 3-2 se muestra el proceso de hidrólisis de la tusa de maíz: en la parte (a) se observa la tusa de maíz sumergida en una solución de KOH 0.1 M que se dejó reposar 24 horas. Esto permitió la ruptura en las barreras de transferencia de masa, lo que a su vez incrementa las propiedades de difusión de los iones hidroxilo -OH (Almonadd, 2019, págs. 4-5), Una vez concluido el tiempo establecido, se filtró la fibra y se midió el pH inicial, el resultado obtenido fue de 10.60. En el apartado (b) se observa el lavado de la biomasa, para ello el agua se cambió y sonicó por 40 minutos cada 24 horas durante 5 días. Tras los lavados, se midió el pH del agua hasta alcanzar un pH cercano a 7.

En el Gráfico 3-1 se presenta las principales bandas de absorbancia de la tusa de maíz en su estado natural. La banda a 3352 cm^{-1} se relaciona con la existencia de grupos hidroxilos (-OH), mientras que la banda a 2896 cm^{-1} corresponde al estiramiento del grupo C-H. Así mismo, la banda localizada 1714 cm^{-1} es el efecto del estiramiento vibracional y de torsión en el plano de los C=O. La banda ubicada a 1639 cm^{-1} se debe a la vibración de flexión de los grupos -OH que surgen de la absorción de agua. La banda a 1426 cm^{-1} está asociada a la vibración de tensión de los carboxilos (CO-OH) que indican la presencia de lignina. La banda a 1032 cm^{-1} se destaca la banda para la vibración de flexión C-OH. La banda de 895 cm^{-1} corresponde a la vibración de tensión en los enlaces β -glucosídicos en la celulosa (Zara et al., 2017, pág. 22; Contreras et al., 2021, pág. 4). Resultados similares a los reportados por Ochoa (2016, págs. 48-50) para materiales con características lignocelulósicas.

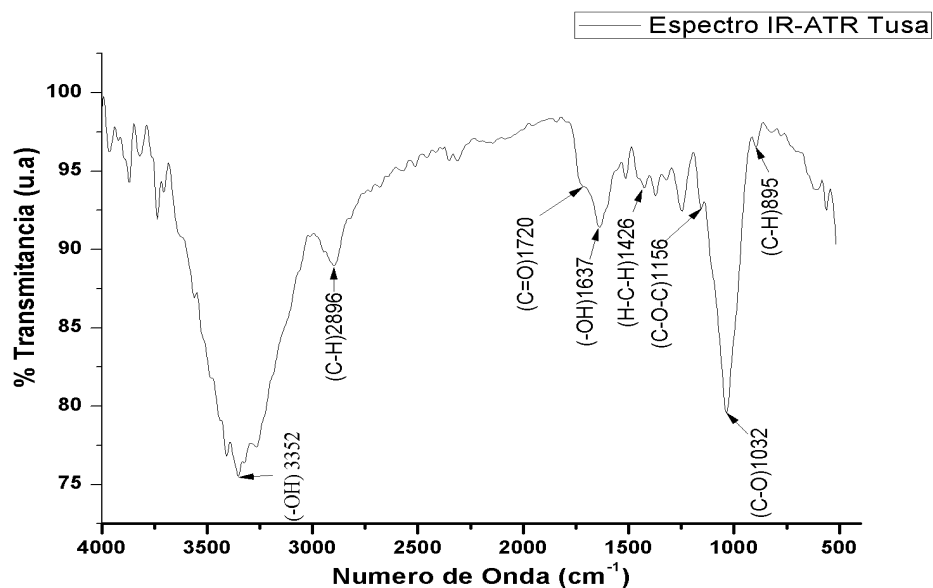


Ilustración 3-3: Espectro IR-ATR de la tusa de maíz en estado natural.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

Los espectros IR-ATR del material hidrolizado y natural son similares, sin embargo, la intensidad de transmitancia en el hidrolizado es mayor en comparación a la muestra lignocelulósica (Márquez, 2022, págs. 49-50). Esto se refleja en la variación de las bandas del espectro IR-ATR del Grafico 3-2.

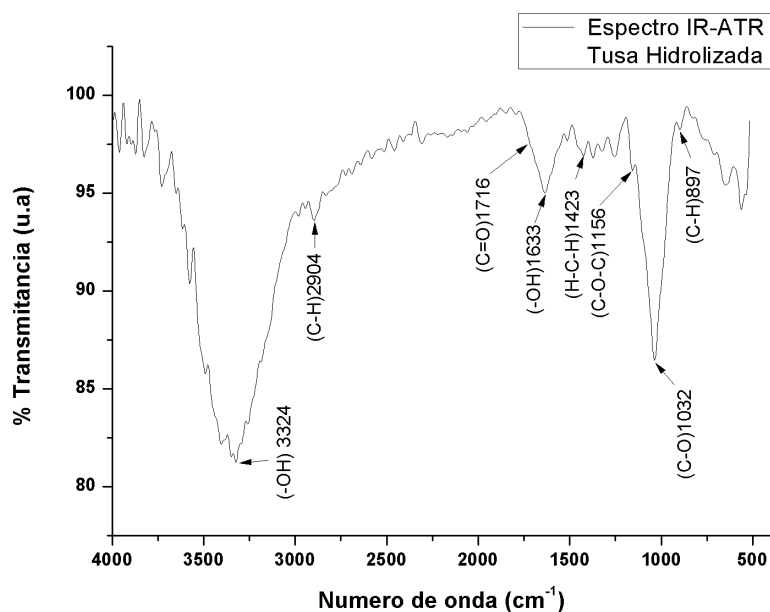


Ilustración 3-4: Espectro IR-ATR de la tusa de maíz hidrolizada.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

3.2. Etapa 2: Síntesis de magnetita in situ sobre la tusa de maíz hidrolizada

La síntesis del compuesto se llevó a cabo in situ, mediante el uso de una solución reductora y otra solución que contenía $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y tusa de maíz hidrolizada en una atmósfera de N_2 . En la superficie de la magnetita, los sitios activos son los iones Fe^{3+} , Fe^{2+} (cationes) y O^{2-} (aniones). En los planos 111 los cationes aceptan iones OH^- , mientras que los aniones se comportan como receptores de H^+ (Noval et al., 2017, pág. 5).

Las partículas de magnetita incrementan el área específica de la matriz, lo que mejora la capacidad de adsorción. Además, la presencia de grupos -OH en el material adsorbente proporcionan una mayor dispersión y estabilidad de los óxidos metálicos situados en la superficie (León, 2018, págs. 22-23).

En la Ilustración 3-3 se evidencia el cambio de color después de la adición de la solución reductora, la coloración negra es característica de la formación de magnetita. Una vez que se enfrió el compuesto, se comprobó la presencia de magnetita con ayuda de un imán.



Ilustración 3-5: Cambio de coloración durante el proceso de síntesis del compuesto.

Fuente: Nuñez, E., Salguero, E., 2023.

Posteriormente, para realizar el lavado, el compuesto se colocó en frascos herméticos y se cambió el agua a diario, durante una semana. Se midió la conductividad antes de ser lavado, los resultados se detallan en la Tabla 3-1. El compuesto fue lavado hasta que su conductividad alcance valores cercanos a cero, lo que asegura que no existan iones residuales de la síntesis que interfieran en el proceso de adsorción.

Tabla 3-1: Cantidad de lavados del compuesto.

Lavado	Conductividad ($\mu\text{s}/\text{cm}$)
1	1727
2	359
3	155.1
4	49.6
5	37.4
6	26.7
7	18.21

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

3.2.1. Espectroscopia IR-ATR

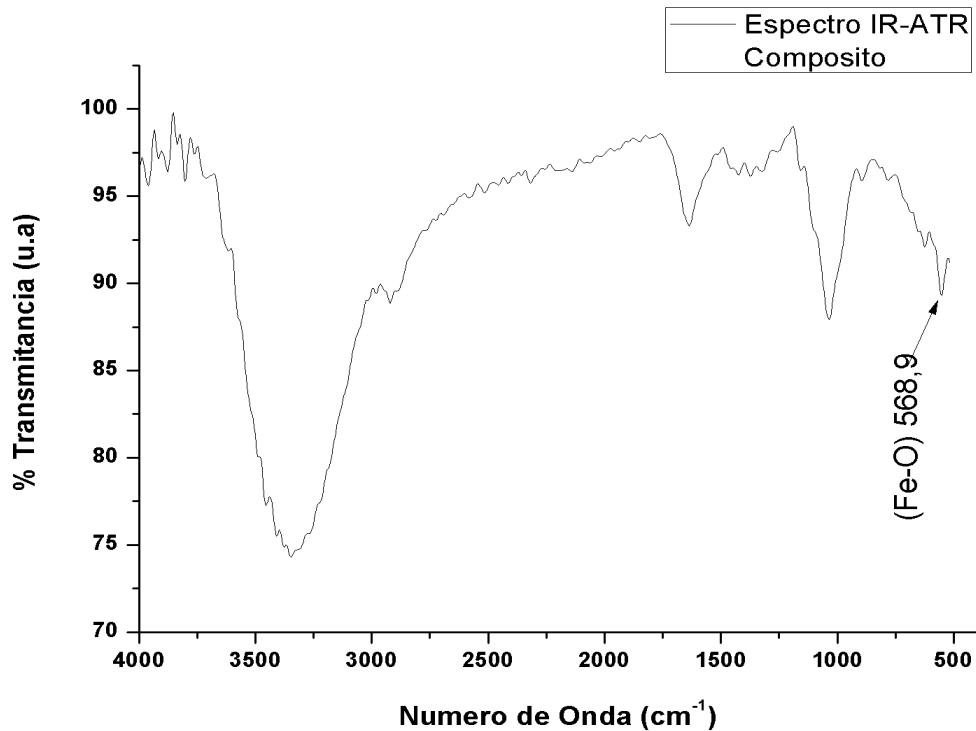


Ilustración 3-6: Espectro IR-ATR del compuesto magnetita- tusa de maíz hidrolizada.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

En el espectro IR-ATR del compuesto sintetizado del Gráfico 3-3, se denota un pico acentuado a una longitud de onda de 568.9 cm^{-1} propio del estiramiento de enlaces Fe-O (Vera, 2018, págs. 51-52).

3.2.2. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

En la Ilustración 3-4 se muestra el SEM de la tusa de maíz hidrolizada a 20 kV y una magnificación de x150, la imagen muestra una estructura caracterizada por pliegues superficiales con cavidades poco profundas, lo que denota una superficie arrugada y una estructura generalmente porosa. La morfología de la partícula expone un diámetro aproximado de $675.3 \mu\text{m}$. En la región resaltada, se observa un poro superficial de $1450 \mu\text{m}^2$ y una longitud máxima de $255 \mu\text{m}$. El poro superficial da paso a poros internos de menor tamaño. Hallazgos similares a los registrados por Ochoa (2016, págs. 45-47) referente al análisis de muestras lignocelulósicas hidrolizadas mediante microscopía electrónica de barrido, evidenciando que presentaban una estructura desorganizada con sus fibras expuestas, como consecuencia, perdía compactación abriéndose paso entre ellas. Estos hallazgos son relevantes para determinar la estructura del biopolímero residual que se utilizará para la construcción del compuesto magnetita-tusa de maíz.

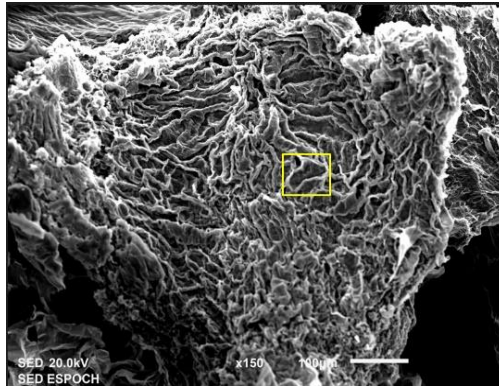


Ilustración 3-7: Micrografía SEM de la tusa hidrolizada.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

La Ilustración 3-5 muestra el análisis SEM del compuesto a 20 kv, en el apartado a) se observa la matriz polimérica del compuesto con una magnificación x140, que denota poros más grandes y formados con una estructura menos arrugada. Esto puede atribuirse a que durante la síntesis in-situ los iones metálicos formaron enlaces con la biomasa lo que alteró su carga y en consecuencia la estructura del biopolímero se modificó (García & Salazar, 2006, pág. 20). En el apartado b) a una magnificación x2700 se evidencia partículas de magnetita impregnadas en la tusa hidrolizada. Se muestra una partícula con un área de $3.84 \mu\text{m}^2$, además se observa la existencia de partículas con tamaños menores a $0.1 \mu\text{m}^2$ (100 nm^2) (Santodomingo, 2018, pág. 35).

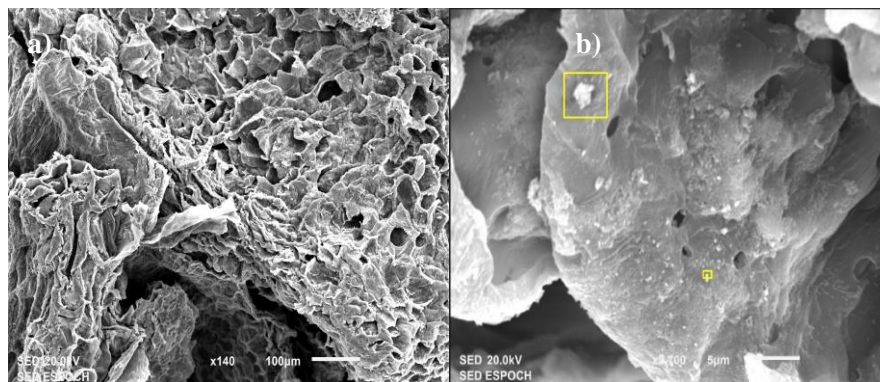


Ilustración 3-8: Caracterización SEM a) matriz polimérica y b) partículas de magnetita del compuesto.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023

En la Ilustración 3-6 se muestra el análisis SEM del compuesto después del tratamiento con agua residual a 20 kV; en el apartado a) se observa el compuesto después del tratamiento con agua residual sintética a x1300, donde se evidencia la formación de una estructura circular de $12.3 \mu\text{m}^2$ con formaciones cristalinas que recubren las partículas de magnetita y parte de la matriz polimérica. Mientras que en b) se observa el compuesto después del tratamiento con agua residual real a x2000, donde se muestra una estructura lisa con un área señalada de $5.9 \mu\text{m}^2$.

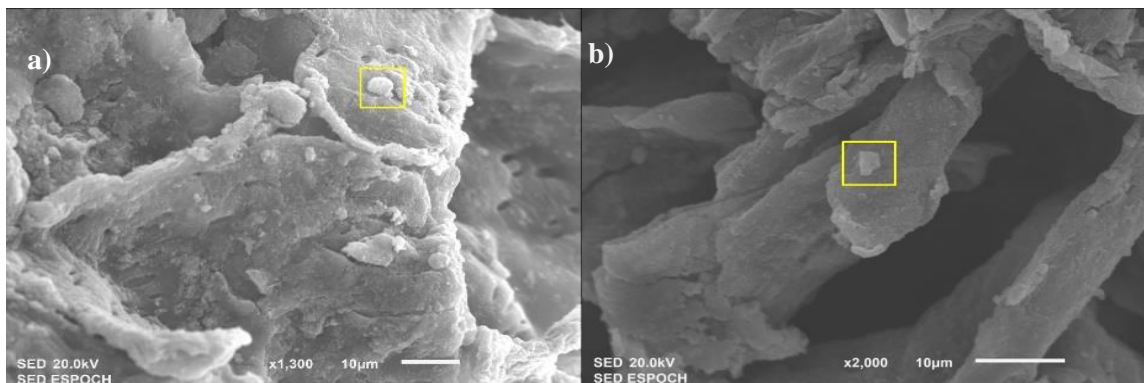


Ilustración 3-9: Caracterización SEM del compuesto después del proceso de adsorción, a) agua residual sintética y b) agua residual real.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023

Adicionalmente, se realizó un análisis espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDS) de las muestras caracterizadas en el SEM. En el Gráfico 3-4, se observa los picos correspondientes a carbono (C) y oxígeno (O) propios de la matriz polimérica, el porcentaje en masa corresponde a 1.85 y 1.67 % respectivamente. Las cadenas de C y O se combinan para formar monómeros, que a su vez forman el biopolímero (Álvarez et al., 2016, pág. 83).

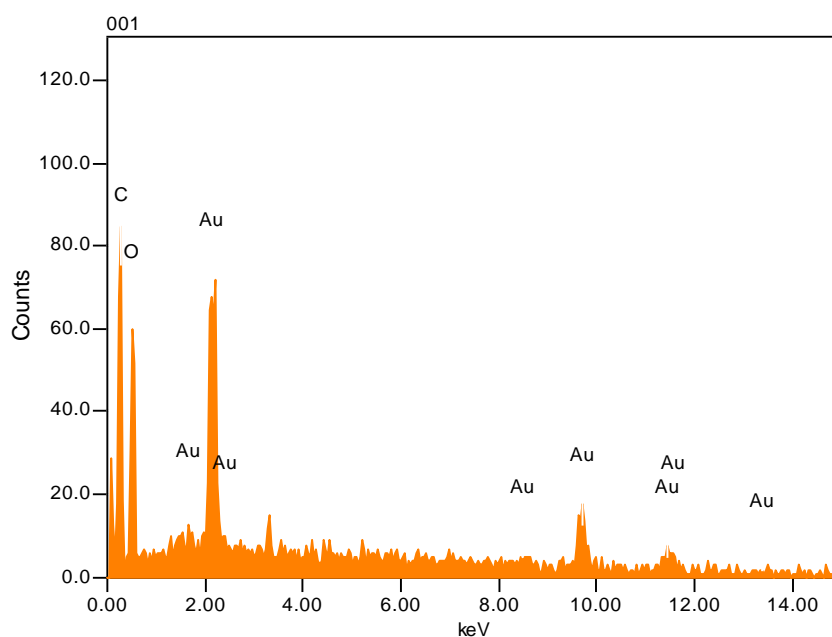


Ilustración 3-10: Análisis EDS de la matriz polimérica.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

Los picos observados en el rango de energía entre aproximadamente 2 y alrededor de 14 kV corresponde al Au, los cuales son consistentes con el material que se utilizó para recubrir la muestra.

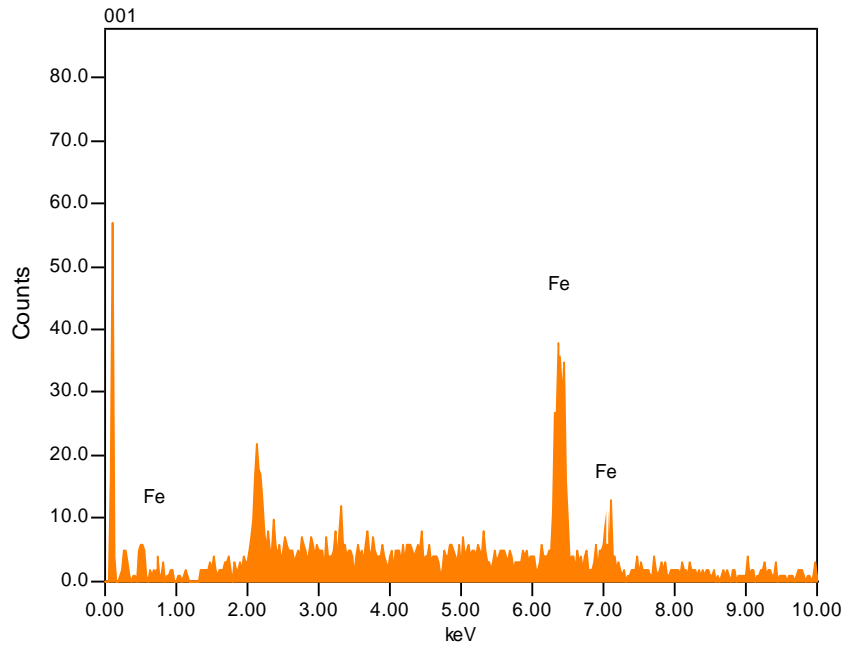


Ilustración 3-11: Análisis EDS del compuesto magnetita-tusa de maíz

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

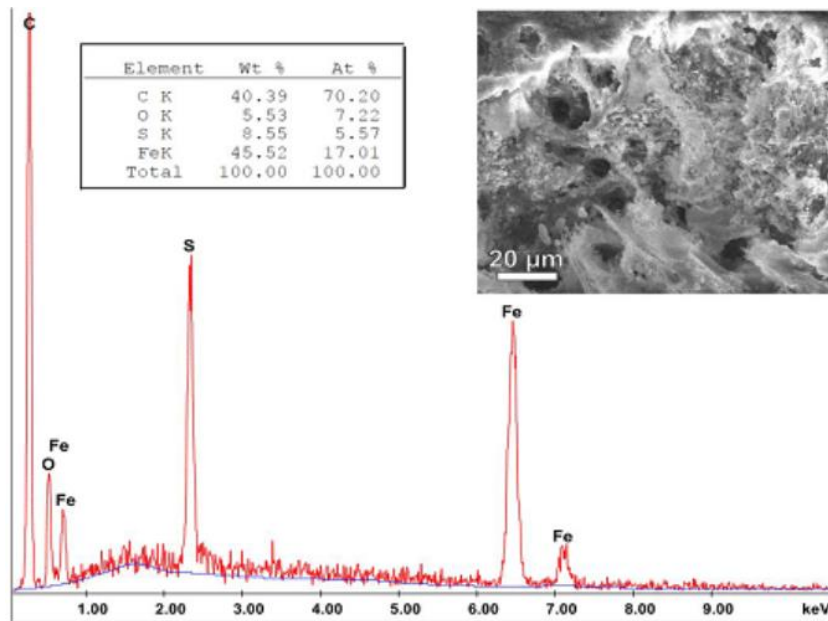


Ilustración 3-12: Espectro EDS para la muestra de magnetita.

Fuente: (Kadhim et al. 2016. p. 1661).

En el Gráfico 3-5 se muestran los picos de Fe con un porcentaje de 2.83 % presente en el compuesto antes del tratamiento con agua residual. En el Grafico 3-6 se muestra el espectro EDS de magnetita reportado por Kadhim et al. (2016, pág. 1661), lo que evidencia la presencia de la magnetita en la biomasa.

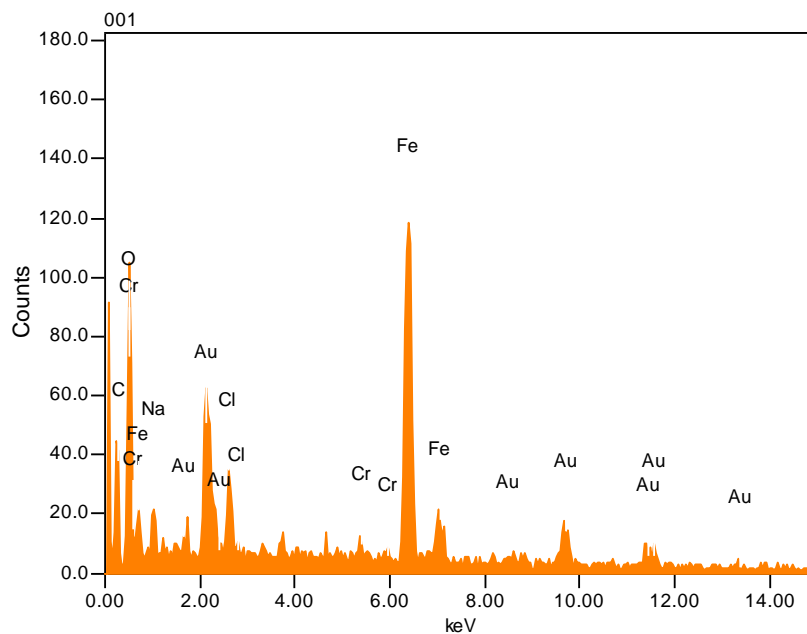


Ilustración 3-13: Análisis EDS del compuesto-agua residual real.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023

En el Gráfico 3-7 se observan picos de cromo, cloro y sodio después del tratamiento con agua residual real. El compuesto presenta porcentajes de 0.03 % de Cr, 0.10 % Cl de y 0.11 % de Na. Por otro lado, en el Gráfico 3-8 se muestra el Cr adsorbido en el compuesto posterior al tratamiento con el agua sintética, con un porcentaje de 0.11 %. Lo que señala que existe competencia en presencia de otros iones por ocupar los sitios activos del material absorbente.

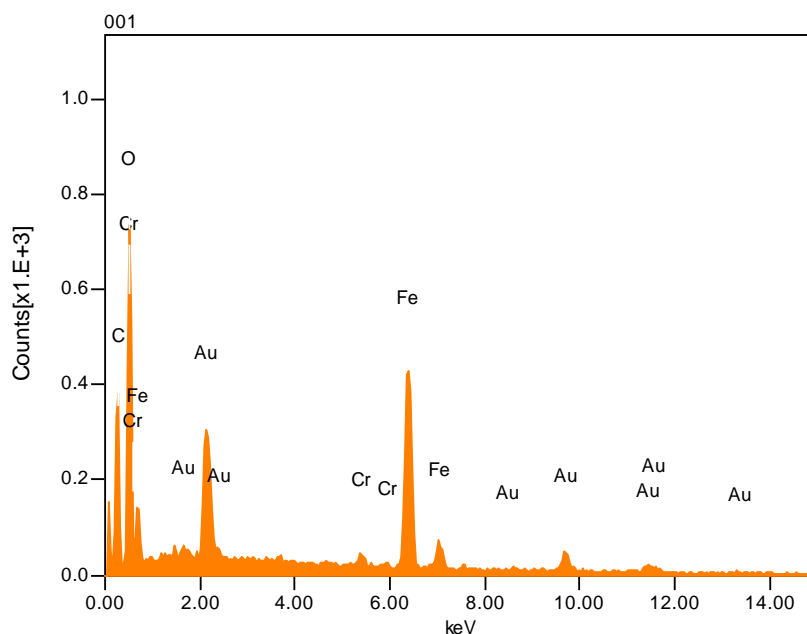


Ilustración 3-14: Análisis EDS del compuesto-agua residual sintética.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023

3.2.3. Espectrofotometría de Absorción Atómica

Se determinó la concentración de magnetita (% p/p) en el composito mediante la determinación de Fe por espectrofotometría de absorción atómica. El porcentaje de magnetita se calculó en una muestra 0.51 g. La curva de calibración para Fe se desarrolló a una longitud de onda de 248.3 nm, lo que permitió determinar la concentración de una muestra desconocida a partir de su absorbancia, obteniendo como resultado 221.5401 mg/L.

La composición de la magnetita sintetizada es semejante a la estequiométrica ($Fe_{2,08}Fe_{0,92}O_4$) (Schwertmann & Cornell, 2000, págs. 136). Por tanto, se supondría que la relación de la magnetita fuera 3 moles de Fe y 4 moles de O. A continuación, se muestra el cálculo requerido para la determinación de la concentración de Fe_3O_4 .

$$g Fe_3O_4 = \frac{ppm Fe \times factor de disolución}{masa molar Fe} \times \frac{1 mol Fe_3O_4}{3 moles Fe} \times \frac{231.535 g Fe_3O_4}{1 mol Fe_3O_4}$$
$$moles de Fe = \frac{221.5401 \frac{g}{L} \times 0.2 L \times \frac{1g}{1000 mg}}{55.85 \frac{g}{mol}} = 7.93 \times 10^{-4} moles$$
$$moles Fe_3O_4 = 7.93 \times 10^{-4} moles Fe \times \frac{1 mol Fe_3O_4}{3 moles Fe} = 2.65 \times 10^{-4} moles$$
$$g Fe_3O_4 = 7.93 \times 10^{-4} moles \times \frac{231.535 g}{1 mol} = 0.06 g$$
$$\% en peso Fe_3O_4 = \frac{0.06 g Fe_3O_4}{0.51} \times 100 = 12.01 \%$$

En 0.51 g de composito se determinó 0.793 moles de Fe. Este valor se utilizó para determinar el porcentaje en peso de magnetita 12.01 %, valor cercano al utilizado por Peña-Rodríguez et al. (2018, págs. 16-17).

Adicionalmente, se analizó el composito en un teslametro marca PHYWE y no se obtuvo ningún resultado. Dado esto, se utilizó como referencia magnetita registrando un valor de 0.02 microteslas (mT), ver Ilustración 3-10. Lo que sustenta que la magnetita cancela parcialmente los campos magnéticos, para generar un campo magnético neto.



Ilustración 3-15: Medición de la magnetita con el teslametro.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

3.3. Etapa 3: Determinación de la capacidad de adsorción de Cr total

La capacidad de adsorción se determinó con la ecuación 1 y las curvas de ruptura se construyeron a partir de un sistema de lecho fijo con una altura de 9 cm y 2 cm de diámetro del filtro. Se utilizaron dos soluciones sintéticas con concentraciones iniciales de 54 y 83 ppm, y una solución real con una concentración 18.32 ppm con un caudal (Q) de 0.22 mL/min, las tres soluciones alimentaron independientemente al sistema. Es importante destacar, que la concentración inicial de 54 ppm fue excluida del análisis debido a que los resultados demostraron que las concentraciones finales de Cr bajo esta condición fueron prácticamente nulas.

Es relevante mencionar, que el líquido tarda en atravesar la columna, dependiendo del flujo del caudal o la altura del lecho empleado, razón por la cual en todos los experimentos realizados se estableció el tiempo cero como el tiempo en que se observa la primera gota caer del filtro (Calero et al., 2012, pág. 178).

3.3.1. Capacidad de adsorción

Tabla 3-2: Capacidad de adsorción y porcentaje de remoción del compuesto con agua sintética (83 ppm)

C_o (ppm)	Tiempo (min)	C_t (ppm)	V (L)	m (g)	q (mg/g)	% R
83	120	0	0.1584	5	2.630	100
83	240	0	0.1584	5	2.630	100
83	360	0.043	0.1584	5	2.628	99.95
83	480	0.121	0.1584	5	2.626	99.85
83	600	0.670	0.1584	5	2.608	99.19
83	720	1.431	0.1584	5	2.584	98.28

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

En la Tabla 3-2 se observa que la máxima adsorción se alcanza a los 120 y 240 minutos con un valor de 2.63 mg/g y un porcentaje de remoción del 100 % en ambos casos, mientras que el minuto 720 se obtuvo el menor resultado con un valor de 2.584 mg/g y 98.28 % de remoción.

Tabla 3-3: Capacidad de adsorción del composito con el agua residual real.

C_o (ppm)	Tiempo (min)	C_t (ppm)	V (L)	m (g)	q (mg/g)	% R
18.32	120	7.560	0.1584	5	0.341	58.73
18.32	240	8.535	0.1584	5	0.310	53.41
18.32	360	9.369	0.1584	5	0.284	48.86
18.32	480	11.230	0.1584	5	0.225	38.70
18.32	600	14.324	0.1584	5	0.127	21.81
18.32	720	15.632	0.1584	5	0.085	14.67

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

En la Tabla 3-3 se observa que la máxima adsorción se alcanza a los 120 minutos con un valor de 0.341 mg/g y un porcentaje de remoción de 58.73 %, mientras que el minuto 720 obtuvo el menor resultado con un valor de 0.085 mg/g y 14.67 % de remoción.

3.3.2. *Curvas de Ruptura*

En el Gráfico 3-9 se presenta la curva correspondiente a 83 ppm, se observa que durante los dos primeros intervalos de muestreo no se detectó ninguna concentración de Cr en la solución, lo que sugiere una adsorción inicial notable en este sistema. A medida que transcurre el tiempo, la concentración de Cr se incrementa gradualmente, aunque no se alcanza el punto de saturación en los tiempos establecidos. Este comportamiento se explica por la ley de la difusión de Fick, que indica que a concentraciones menores el gradiente de concentración que impulsa el movimiento de los iones de Cr hacia los sitios activos del adsorbente es menor, lo que hace que la adsorción ocurra lentamente, y por ende no alcance la saturación en el período de observación (Albis et al., 2016, pág. 21).

Las partículas de magnetita incrementan el área superficial de la matriz polimérica, y los átomos Fe y O que se encuentran en la superficie de las partículas, adsorben OH⁻. En consecuencia, la capacidad de adsorción aumenta debido al mayor número de interacciones entre los grupos OH⁻ y los iones Cr presentes en la solución (Asimbaya, 2016, pág. 11).

No obstante, es relevante destacar también que el uso de un caudal de alimentación reducido y una mayor altura del lecho, favorece a la capacidad de adsorción, y a su vez el tiempo de servicio de la columna se prolonga (Calero et al., 2012, pág. 179).

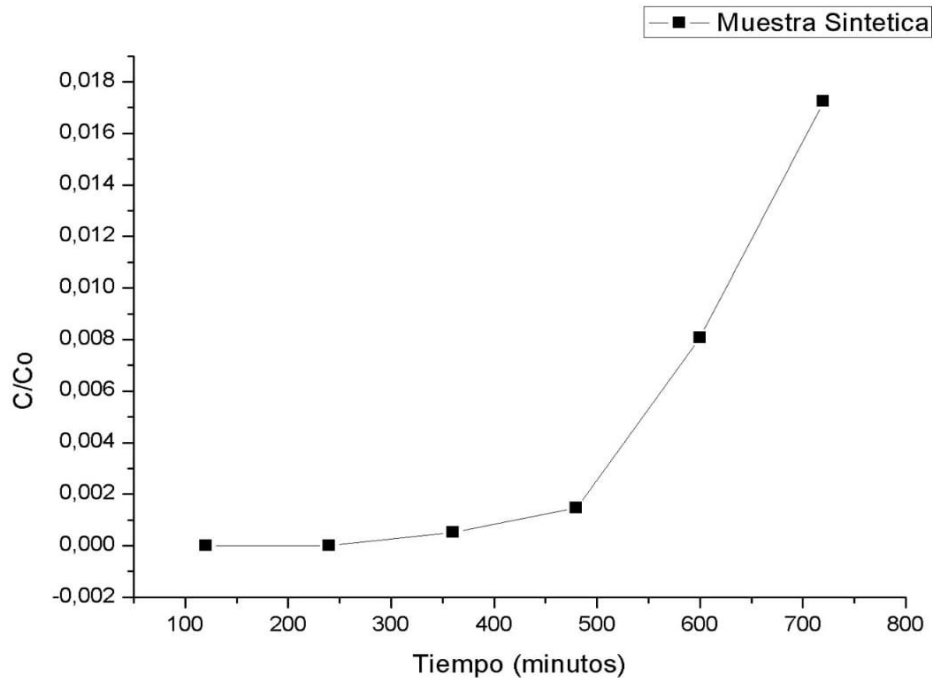


Ilustración 3-16: Curva de ruptura para la adsorción de Cr a $C_0 = 83$ ppm, $Z = 9$ cm y $Q = 0.22$ mL/min, $pH = 4.06$.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

La curva de ruptura de la muestra real se evidencia en el Gráfico 3-10. La concentración de Cr alcanza aproximadamente la mitad de la concentración inicial en los primeros tres tiempos (120, 240 y 360 minutos), y en un tiempo final de 720 minutos se observa una relación C/C_0 cercano a 1.

Por otro lado, los iones metálicos compiten por ocupar los sitios activos. Es importante mencionar, que además de la afinidad, las propiedades químicas de cada ion (radio iónico, potencial iónico y configuración electrónica) constituyen un factor clave que permite explicar la influencia del pH en la capacidad de adsorción (Radames et al., 2022, pág. 7; Martínez, 2008, pág. 74). Por otro parte, se observa que la saturación en la columna no se logra bajo las condiciones establecidas.

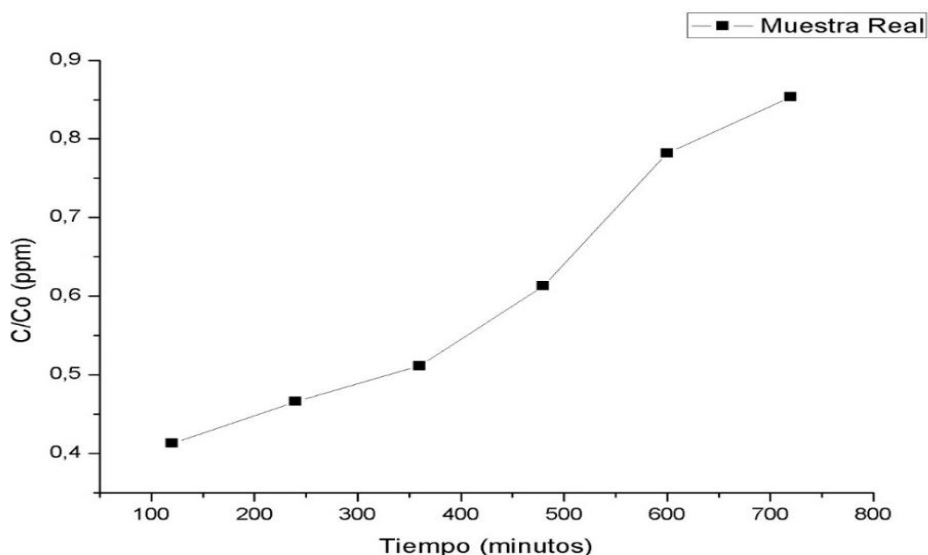


Ilustración 3-17: Curva de ruptura para la adsorción del compuesto de Cr a $C_0 = 18.32$ ppm, $Z = 9$ cm y $Q = 0.22$ mL/min, pH 6,86.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

Dado que no se alcanzó el tiempo de saturación en las curvas de ruptura, se estableció cualitativamente una aproximación del punto de ruptura. Se asumió que el punto de ruptura es superior a 0.8 para la muestra real y, mayor a 0.010 para la muestra sintética. A partir de esto, se calculó los parámetros de la columna en lecho fijo, resultados que se muestran en la Tabla 3-4.

Tabla 3-4: Parámetros de la columna en lecho fijo para el compuesto magnetita-tusa de maíz

	Sintética 54 ppm	Sintética 83 ppm	Real 18.32 ppm
V_{ef} (mL)	158.4	158.4	158.4
q_{total} (mg)	342.14	522.05	49.29
m_{total} (mg)	342.14	13.15	2.90
%R	100	99.56	42.51
q_e (mg/g)	68.43	104.41	9.85
C_c (mg/L)	0	82.89	18.32

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

Se observa que, para la muestra sintética el porcentaje de adsorción de Cr es cercano al 100 %, con una capacidad de adsorción de 104.41 mg/g, mientras que, para la muestra real el porcentaje disminuye notablemente llegando casi a la mitad con un 42.51 % y su capacidad de adsorción se ve significativamente afectada, alcanzado solo 9.85 mg/g.

Se llevó a cabo un análisis adicional con el objeto de comparar la capacidad de remoción de la tusa de maíz tratada frente al compuesto. El estudio se realizó bajo los mismos parámetros, y para

la concentración de 18.32 ppm. En el Grafico 3-11 se muestra la curva de ruptura, y en la Tabla 3-5 los resultados de los parámetros. Es importante mencionar que la gráfica fue troncada con el objeto de hacer que las variaciones más pequeñas sean visibles y faciliten la interpretación de los datos.

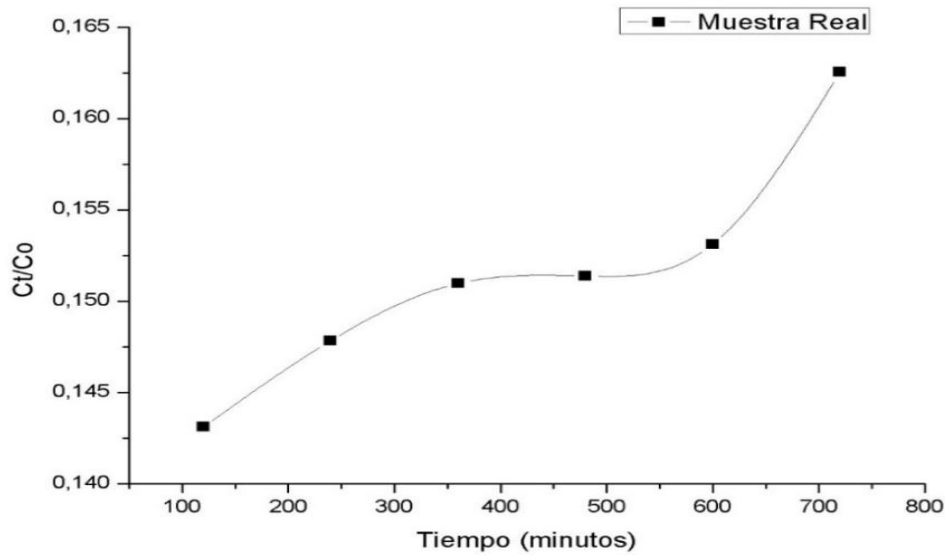


Ilustración 3-18: Curva de ruptura para la adsorción de Cr con tusa de maíz Hidrolizada a $C_0 = 18.32$ ppm, $Z = 9$ cm y $Q = 0.22$ mL/min, pH 6.86.

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

Tabla 3-5: Variables de la curva de ruptura para la tusa de maíz hidrolizada.

	Real 18.32 ppm
V_{ef} (mL)	158.4
q_{total} (mg)	99.30
m_{total} (mg)	2.90
% R	85.65
q_e (mg/g)	19.86
C_e (mg/L)	18.32

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

En la comparación de los porcentajes de remoción, se observa que el compuesto muestra un porcentaje menor (42.51 %) en comparación a la tusa de maíz hidrolizada (85.65 %). Esto se debe a que el pH de solución provoca que la superficie del material absorbente se carga negativamente, debido a la desprotonación de los grupos funcionales. En consecuencia, la superficie del material actúa como resina de intercambio iónico que sustituyen las especies iónicas por Cr presente en el agua residual (Asimbaya, 2016, pág. 11).

Por otro lado, la tusa de maíz al formar una sinergia con la magnetita y hallarse en un entorno con un flujo no laminar, la capacidad de remoción se ve disminuida (Driss, 2010, pág. 148).

3.3.3. Aplicación del modelo

Los resultados experimentales se sometieron a un ajuste utilizando el modelo Wolborska, dado que proporciona un enfoque fácil y se limita a cocientes bajos en la relación C/C_0 (Ríos et al., 2013, pág. 13). Por tanto, la relación de C/C_0 , para la muestra real tomó un valor de 0.2, mientras que para la muestra sintética 0.01. En la Tabla 3-6 se muestran los resultados obtenidos de los parámetros del modelo, β (transferencia de masa) y N_0 (Capacidad de adsorción), así mismo, como el coeficiente de correlación para cada concentración en estudio.

Tabla 3-6: Parámetros obtenidos en el modelo de Wolborska

	Sintética 83 ppm	Real 18.32 ppm
B (min^{-1})	7.50	0.018
N_0 (mg/mL)	61040.26	251.59
R^2	0.9804	0.9641

Fuente: Nuñez E., Salguero E., 2023.

En la muestra de 83 ppm, las partículas del fluido siguen una trayectoria suave y ordenada al atravesar el composito. Esto conduce a la reducción de la película que se forma entre la interacción del flujo del fluido y la superficie del adsorbente (capa límite), esta capa rodea a las partículas del material, lo que resulta en aumento en el coeficiente cinético de transferencia de masa. La muestra real presentaba turbulencia, lo que se traduce como una interacción caótica y compleja, aumentando el espesor de la capa limite, y disminuyendo la eficiencia en la transferencia de masa.

3.4. Análisis estadístico

Se procedió a realizar el análisis comparativo estadístico inferencial de la información levantada en la presente investigación, el contraste se realizó con un 95 % de confianza para el estudio (5 % de significancia de los valores de probabilidad de las pruebas estadísticas).

3.4.1. Normalidad en los datos

El análisis estadístico parte de la premisa importante de analizar el comportamiento de los datos de adsorción de cromo en las muestras levantadas, con el afán de aplicar técnicas pertinentes para su distribución intrínseca. Por este motivo, primero se realizó una prueba de normalidad para

muestras grandes, para determinar si los datos siguen dicha distribución, en cuyo caso se aplicó un análisis estadístico paramétrico, mientras que, de no existir este comportamiento en los datos, se procede con un análisis no paramétrico de datos.

Con respecto a los resultados de la Tabla 3-7, se obtuvo que para la prueba de normalidad un valor p prácticamente nulo, con lo cual se rechazó rotundamente la hipótesis nula y se concluye la inexistencia de una ley de probabilidad normal en los datos de la investigación. Debido a este precedente, se propuso analizar los datos con un enfoque no paramétrico.

Tabla 3-7: Test de Kolmogorov Smirnov para normalidad de muestras, con corrección de Lilliefors para muestras grandes

Estadístico D	Valor p
0.331	0.000

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

Al aplicar pruebas no paramétricas, el enfoque de estas pruebas se dio en la mediana de los datos, la cual resulta ser una medida de tendencia central robusta ante valores atípicos y cuyo uso generalmente se da cuando no existe normalidad en los datos, ante esto y con la prioridad de contrastar las hipótesis de la presente investigación, se aplicó la prueba de Kruskal Wallis para realizar las comparaciones entre los tipos de agua utilizada y los tiempos de filtrado.

3.4.2. Comparación de cantidad de contaminantes por tipo de agua residual utilizada

3.4.2.1. Comparación generalizada

De acuerdo con los resultados de la Tabla 3-8, se puede observar que en la prueba de Kruskal Wallis para la concentración final de cromo con respecto el agua sintética utilizada arroja un valor p de 0.000 con lo cual se concluyó el rechazo de la hipótesis nula. En este caso, se puede decir que existen diferencias significativas entre alguno de las diferentes aguas utilizados, por lo que se realizó un análisis post-hoc de las muestras.

Tabla 3-8: Test de Kruskal Wallis para comparación entre cantidad de contaminantes por tipo de agua utilizada.

Estadístico Kruskal Wallis	Grados de Libertad	Valor p
43.769	2	0.000

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

3.4.3. Comparación entre pares de grupos de agua residual utilizada

Según la Tabla 3-9, se puede observar valores p menores a 0.05 en todos los casos, con lo que se determinó el rechazo de las hipótesis nulas de las pruebas, y se puede decir que existen diferencias significativas entre la concentración final de cromo en todas las aguas sintéticas y el agua residual dentro del experimento, siendo estas diferencias menos notorias entre los dos sintéticos utilizados.

Tabla 3-9: Test U de Mann-Whitney para comparación dos a dos entre cantidad de contaminantes por tipo de agua residual utilizada.

Valores p	Agua Residual	Sintética 54 ppm
Sintética 54 ppm	0.0000	-
Sintética 83 ppm	0.0000	0.0056

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

3.4.3.1. Comparación Gráfica

Entre tanto, de acuerdo con los resultados del Gráfico 3-12, se puede observar gráficamente las diferencias existentes entre los tratamientos analizados en el experimento. En este caso se observa que la tendencia de concentración total de cromo total con las sintéticos de 83 ppm y 54 ppm son prácticamente nulos, donde el sintético con menor cantidad de cromo es el último mencionado pues en todas las muestras los valores de cromo observados fueron nulos. Además, se puede observar que el valor de cromo total en agua residual difiere ampliamente en los dos tipos de agua sintética utilizada, por lo que se concluye que si existe diferencia entre el uso de los sintéticos frente al tratamiento control de aguas residuales.

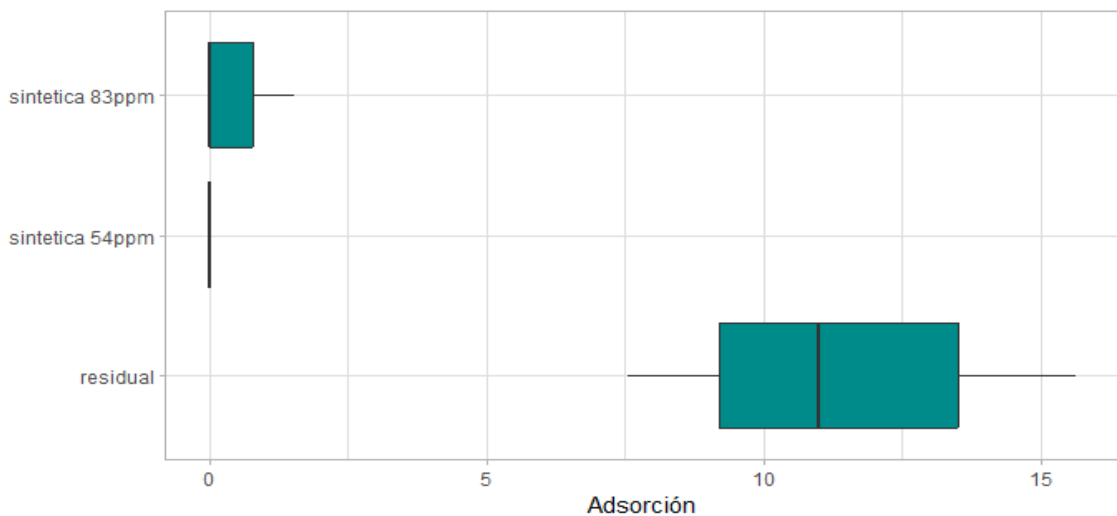


Ilustración 3-19: Adsorción de cromo de acuerdo con las aguas sintéticas y tratamiento control.

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

3.4.4. Comparación de Cantidad de Contaminantes por Tiempo de Filtrado

3.4.4.1. Comparación general

En la Tabla 3-10 se resume el análisis de la comparación de los seis tiempos diferentes utilizados para el estudio, el cual es un factor de bloque (complementario) en la presente de investigación. Se ha obtenido un valor p de 0.9068, el cual resulta ser mucho mayor que el nivel de significancia de 0.05, por lo que no existe evidencia suficiente para rechazar la hipótesis nula de la prueba. Entonces, se concluye que en este factor no existen diferencias significativas entre los seis diferentes tiempos de exposición con los sintéticos dentro del estudio, sin embargo, esto se corrobora en los análisis post hoc y gráficos que siguen.

Tabla 3-10: Test de Kruskal Wallis para comparación entre cantidad de contaminantes por tiempo de filtrado

Estadístico Kruskal Wallis	Grados de Libertad	Valor p
1.5540	5	0.9068

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

3.4.5. Comparación entre pares de grupos de tiempos de filtrado

De acuerdo con la Tabla 3-11, en la prueba de Wilcoxon para muestras pareadas se determinaron valores p mayores a la significancia del estudio ($\alpha = 0.05$). Por lo tanto, se confirma que no existen diferencias significativas entre pares de grupos de los tiempos de filtrado en estudio.

Tabla 3-11: Test de Wilcoxon para comparación dos a dos entre cantidad de contaminantes por tiempo de filtrado

Valores p	T1	T2	T3	T4	T5
T2	1.00		-	-	-
T3	1.00	1.00	-	-	-
T4	1.00	1.00	1.00	-	-
T5	1.00	1.00	1.00	1.00	-
T6	1.00	1.00	1.00	0.89	1.00

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

3.4.5.1. Comparación gráfica

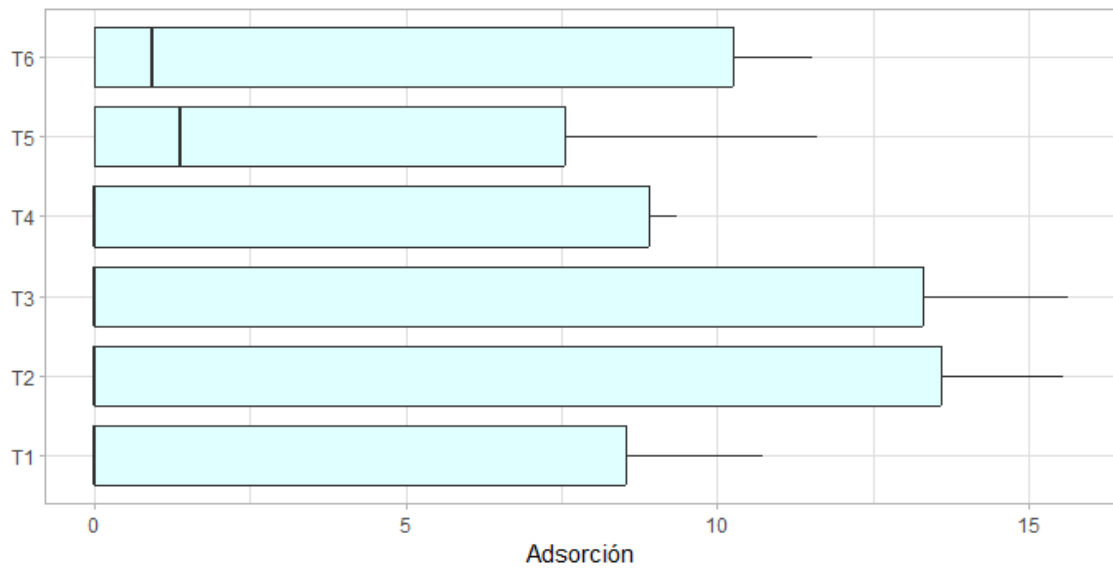


Ilustración 3-20: Adsorción de cromo por tiempo de exposición

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2023.

Para determinar cuál es la tendencia de los tiempos de exposición en relación a la concentración de contaminantes determinada, se puede observar en el Gráfico 3-12 que los primeros cuatro tiempos en estudio (T1, T2, T3 y T4) no presentan diferencias, y no determinando de la concentración de cromo en particular en las muestras en estudios, sin embargo, T5 y T6 difieren en una leve proporción sobre la relación a la concentración final determinada por el experimento realizado, sin que esta variación sea significativa.

CONCLUSIONES

El composito magnetita-tusa de maíz se aplicó mediante estudios en columnas de lecho fijo en la remoción de cromo en las aguas residuales sintéticas, removiendo en su totalidad los 54 ppm, mientras que para los 83 ppm la remoción fue de 99.56 %. Por otra parte, el agua residual real presentó un porcentaje de remoción del 42.51 %, lo que se debe a la competitividad de los iones presentes en la solución y la afinidad en un determinado pH.

Se realizó un análisis con la tusa de maíz hidrolizada parcialmente, en el que se obtuvo un valor de 85.65 % para el agua residual real, valor mayor al que se alcanzó con el composito. Esto se explica debido a que el pH de la solución desprotona los grupos funcionales en la superficie lo que facilita la adsorción de los iones metálicos presentes en la solución, que a su vez son mayormente sustituidos por Cr.

El proceso de síntesis del composito se desarrolló con tusa de maíz hidrolizada a un tamaño de partícula $<650 \mu\text{m}$. La tusa de maíz se hidrolizó parcialmente con KOH al 0.1 M con el objetivo de eliminar la lignina, compuesto que interfiere en el proceso de adsorción. Para la síntesis in-situ de la magnetita se utilizó una solución de sulfato de hierro heptahidrato ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) como precursor en combinación con la biomasa tratada y una solución reductora (KOH, KNO_3), en un baño maría a $70 \text{ }^\circ\text{C}$, 200 RPM, una atmosfera inerte enriquecida con N_2 . Bajo tales condiciones se obtuvo un composito con un porcentaje de magnetita del 23 % en relación con el peso de la biomasa.

El composito se caracterizó mediante IR-ATR, donde se señala que la longitud de onda de 550.47 cm^{-1} es característica de los enlaces Fe-O. El análisis SEM evidenció que las partículas presentaban tamaños $3.84 \mu\text{m}^2$ y menores a $0.1 \mu\text{m}^2$, y el análisis EDS reveló la presencia de un 2.83 % de Fe, lo que corrobora la existencia de magnetita en el composito. Además, se utilizó magnetita como referencia, registrando una magnetización de 0.02 mT, dado que su campo magnético es bajo por lo que no se obtuvo datos del composito debido a la mínima presencia de magnetita.

La capacidad de adsorción se determinó mediante espectrofotometría de absorción atómica. En la muestra sintética de 83 ppm se alcanzó la máxima capacidad de adsorción en los dos primeros tiempos (120 y 240 minutos) con un 100% de remoción. El agua residual sintética de 54 ppm no se consideró en el análisis debido a que se adsorbió el Cr en su totalidad, por tanto, se considera un 100 % de remoción. El agua residual real alcanzó su máxima adsorción a los 120 minutos con un valor de 0.341 mg/g y un 58.73 % de remoción. El modelo de adsorción en columna que se

ajustó a los datos fue el de Wolborska, dado que no se alcanzó la saturación se utilizó la relación de C/C_0 0.01 para la sintética y de 0.2 para la real, el coeficiente de transferencia de masa fue de 7.50 y 0.018 min^{-1} , mientras que la capacidad de adsorción fue de 61040.26 y 251.59 mg/mL respectivamente.

RECOMENDACIONES

- Estudiar distintos métodos de síntesis del composito como; coprecipitación y electrodeposición.
- Realizar estudios en columna batch utilizando el composito para evaluar la capacidad de adsorción para remover Cr en aguas residuales.
- Realizar investigaciones en sistemas batch y en columna de lecho fijo utilizando el composito para remover otros iones metálicos en soluciones acuosas.
- Reducir el tiempo de servicio de la columna, aumentar el caudal y disminuir la altura del lecho a 7 cm, además modificar el pH, concentración (% p/p de la tusa de maíz y la magnetita), dosis, tamaño de la partícula de la biomasa con el objeto de evaluar si estos parámetros mejoraran la capacidad de adsorción.

BIBLIOGRAFÍA

1. **ABRIL, Alejandro & NAVARRO, Ernesto.** *Etanol a partir de biomasa lignocelulósica.* [en línea]. Valencia-España: Aleta Ediciones, 2012. [Consulta: 03 marzo 2023]. Disponible en: https://www.researchgate.net/profile/Enrique-Navarro/publication/241216642_Etanol_a_partir_de_biomasa_lignocelulosica/links/0c96051c8409028b93000000/Etanol-a-partir-de-biomasa-lignocelulosica.pdf
2. **AGENCIA DE REGULACION Y CONTROL DEL AGUA.** *Ley Organica de Recursos Hídricos: Usos y Aprovechamiento y el Agua* [en línea]. Ecuador: Republica del Ecuador, 2014. [Consulta: 29 noviembre 2022] Disponible en: [https://www.regulacionagua.gob.ec/wp-content/uploads/downloads/2016/03/Ley-Organica-de-Recursos-Hídricos-Usos-y-Aprovechamiento-del-Agua.pdf](https://www.regulacionagua.gob.ec/wp-content/uploads/downloads/2016/03/Ley-Organica-de-Recursos-Hidricos-Usos-y-Aprovechamiento-del-Agua.pdf)
3. **ALBIS, Alberto; et al.** “Removal of zinc (II) from aqueous using cassava ped (*Manihot esculenta*): column experiments”. *Prospectiva* [en línea], 2017, (Colombia), vol. 15 (1), págs. 16-28. [Consulta: 30 octubre 2023]. Disponible en: <http://ojs.uac.edu.co/index.php/prospectiva/article/view/773>
4. **ALVARADO, Ana; et al.** “El cromo como elemento esencial en los humanos”. *Revista Costarricense de Ciencias Médicas* [en línea], 2002, (Costa Rica), vol. 23 (1-2), págs. 55-68. [Consulta: 03 febrero 2023]. ISSN: 0253-2948. Disponible en: https://www.scielo.sa.cr/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0253-29482002000100006
5. **ALMONACID, Leidy; et al.** “Evaluation of the enzymatic hydrilysis of wet whiteassisted with ultrasound to obtain hydrolyzed collagen”. *Revista Facultad de Ingeniería* [en línea], 2019, (Colombia), vol. 28 (52), págs. 59-75. [Consulta: 11 octubre 2023]. Dispon en: <https://revistas.uptc.edu.co/index.php/ingenieria/article/view/9654>
6. **ARIAS, Victor.** *Control y tratamiento de aguas residuales de riesgos naturales.* [en línea]. Quito-Ecuador: Universidad Tecnologica Equinoccial Sede Quito, 2020. [Consulta: 7 junio 2023]. Disponible en: <https://extensionuniversitariaute.wordpress.com/wp-content/uploads/2013/09/mejoramamiento-y-remediacion-3b3n-del-agua.pdf>
7. **ASTUDILLO, S; et al.** “Evaluación del poder biosorbente de la hoja de maíz en remoción de metales pesados”. *Afinidad* [en línea], 2019, (Ecuador), vol. 77 (591), págs. 182-188

[Consulta: 26 noviembre 2022]. Disponible en:
<https://www.raco.cat/index.php/afinidad/article/view/377165>

8. **ASIMBAYA SELLÁN, Christopher Gabriel.** Obtención de materiales compuestos con propiedades magnéticas para la remoción de zinc a partir de residuos lignocelulósicos. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Grado). Escuela Politécnica Nacional, Facultad de Ingeniería Química y Agroindustria. Quito-Ecuador. 2016. págs. 1-58. [Consulta: 06 junio 2023]. Disponible en: <https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/15352/1/CD-7048.pdf>
9. **AUSILI, Alessio; et al.** “Attenuated total reflectance infrared spectroscopy: A powerful method for the simultaneous study of structure and spatial orientation of lipids and membrane proteins”. *Biomedical Spectroscopy and Imaging* [en línea], 2015, (Ecuador), vol. 4 (2), págs. 159–170. [Consulta: 4 diciembre 2023]. ISSN: 2212-8794. Disponible en: <https://content.iospress.com/articles/biomedical-spectroscopy-and-imaging/bsi104>
10. **BALSECA AVEDAÑO, Hilda Muriel.** Capacidad del zuro de maíz *Zea mays* como bioadsorbente para remover plomo divalente en aguas contaminadas a nivel laboratorio, SJL, 2017. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Grado). Universidad César Vallejo, Facultad de Ingeniería, Escuela Profesional de Ingeniería Ambiental. Lima-Perú. 2017. págs. 1-71. [Consulta: 7 junio 2023]. Disponible en: https://repositorio.ucv.edu.pe/bitstream/handle/20.500.12692/18683/BALSECA_AHM.pdf?sequence=1&isAllowed=y
11. **BARCELÓ, Damiá & LÓPEZ, María.** *Contaminación y calidad química del agua: el problema de los contaminantes emergentes* [en línea]. Barcelona-España: Instituto de Investigaciones Químicas y Ambientales-CSIC, 2008. [Consulta: 7 junio 2023]. Disponible en: https://fnca.eu/phocadownload/P.CIENTIFICO/inf_contaminacion.pdf
12. **BASSO, Mirza & CUKIERMAN, Ana.** “Empleo de un biosorbente para el tratamiento de agua”. *Avances en Energías Renovables y Medio Ambiente* [en línea], 2003, (Argentina), vol. 7(2), págs. 1-6. [Consulta: 01 diciembre 2023]. ISSN: 0329-5184. Disponible en: http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/81139/Documento_completo.pdf-PDFA.pdf?sequence=1&isAllowed=y
13. **CABRERA SILVA, Génesis Melissa.** Evaluación de la adsorción de cafeína utilizando cáscaras de naranja y plátano modificadas con magnetita para su remoción de aguas residuales sintéticas. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Grado). Escuela Politécnica

Nacional, Facultad De Ingeniería Civil Y Ambiental. Quito- Ecuador. 2020. págs. 1-135. [Consulta: 18 noviembre 2023]. Disponible en: <https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/20851/1/CD%2010374.pdf>

14. **CALERO, M. et al.** “Biosorción de cobre con corteza de pino en columna de lecho de fijo: Optimización de las variables del proceso”. *Afinidad* [en línea], 2012, (España), vol. 69 (559), págs. 175-184. [Consulta: 3 noviembre 2023]. Disponible en: <https://raco.cat/index.php/afinidad/article/view/268451/356005>
15. **CANTERO SPOSETTI, Danilo Alberto.** Intensification of Cellulose Hydrolysis Process by Supercritical Water. Obtaining of Added Value Products. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Doctorado). Universidad de Valladolid, Departamento de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambientem, Escuela de Ingenierías Industriales. Valladolid-España. 2014. págs. 1-326. [Consultado: 7 junio 2023]. Disponible en: https://www.researchgate.net/profile/Danilo-Cantero/publication/266896308_Intensification_of_Cellulose_Hydrolysis_Process_by_Supercritical_Water_Obtaining_of_Added_Value_Products/links/543e5d3e0cf2ca6e663bd866/Intensification-of-Cellulose-Hydrolysis-Process-by-Supercritical-Water-Obtaining-of-Added-Value-Products.pdf
16. **CAÑAZACA DAVILA, Cleyby Magaly & CCAMA LARICO, William Eliezer Yuliminyr.** Biosíntesis de nanopartículas de Hierro Cero Valente (Nzvi) usando hojas de eucalipto (*Eucalyptus Sp.*) para la remoción de cromo hexavalente. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Grado). Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa, Facultad de Ingeniería de Procesos, Escuela Profesional de Ingeniería Química. Arequipa-Perú. 2017. págs. 1-256. [Consulta: 6 junio 2023]. Disponible en: <https://repositorio.unsa.edu.pe/items/f1ebfb3a-c769-432d-8169-0cd190dd992b>
17. **CASTELLAR ORTEGA, Grey Cecilia.** Remoción de Pb (II) en disolución acuosa sobre carbón activado: Experimentos en columna. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Maestría). Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ciencias, Departamento de Química. Bogota-Colombia. 2012. págs. 1-45. [Consulta: 01 diciembre 2023]. Disponible en: <https://repositorio.unal.edu.co/bitstream/handle/unal/9349/Greyceciliacastellar.2012.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
18. **CAVIEDES, Diego; et al.** “Tratamientos para la remoción de metales pesados comúnmente presentes en aguas residuales industriales, una revisión”. *Revista Ingeniería y Región* [en

- línea], 2015, (Colombia), vol. 13 (1), págs. 73-90. [Consulta: 27 diciembre 2022]. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/320222484_Tratamientos_para_la_Remocion_de_Metales_Pesados_Comunmente_Presentes_en_Aguas_Residuales_Industriales_Una_Revision
- 19. CHAQUI CUENCA, Cristhian Geovanny.** Formación de una variedad experimental de maíz amarillo suave (*Zea mays* L.) tipo “mishca” a partir de los medios hermanos y hermanos completos. Tumbaco. Pichincha. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Grado). Universidad Central del Ecuador, Facultad de Ciencias Agrícolas. Quito-Ecuador. 2013. págs. 1-85. [Consulta: 14 diciembre 2022]. Disponible en: <https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&ved=2ahUKEwjS263Nub2GAxXsoQIHRaZBK0QFnoECBMQAQ&url=https%3A%2F%2Fcore.ac.uk%2Fdownload%2Fpdf%2F71899183.pdf&usg=AOvVaw1-desJIN4KhuYV1HFu04g8&opi=89978449>
- 20. CHÁVEZ ANDRADE, Jéssica Karina.** Recuperación de cromo a partir de lodos residuales provenientes del proceso de curtido en la industria de la curtiembre. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Grado). Universidad Central del Ecuador, Facultad de Ingeniería Química. Quito-Ecuador. 2018. págs. 1-75. [Consulta: 29 noviembre 2022]. Disponible en: <https://www.dspace.uce.edu.ec/server/api/core/bitstreams/fa73bef8-ce47-4b5e-be12-edef2c611d1a/content>
- 21. CHÁVEZ, Álvaro.** “Descripción de la nocividad del cromo proveniente de la industria curtiembre y de las posibles formas de removerlo”. *Revista Ingenierías* [en línea], 2010, (Colombia), vol. 9 (17), págs. 41-49. [Consulta: 29 noviembre 2022]. ISSN: 1692-3324. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/237039841_DESCRIPCION_DE_LA_NOCIVIDAD_DEL_CROMO_PROVENIENTE_DE_LA_INDUSTRIA_CURTIEMBRE_Y_DE_LAS_POSIBLES_FORMAS_DE_REMOVERLO
- 22. CONTRERAS, Héctor; et al.** “Espectroscopía ATR-FTIR de celulosa: Aspecto instrumental y tratamiento matemático de espectros”. *e-GNOSIS* [en línea], 2010, (México), vol. 8 (1), págs. 1-13. [Consulta: 04 diciembre 2023]. ISSN: 1665-5745. Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=73013006008>

- 23. CORPORACIÓN FINANCIERA NACIONAL.** *Ficha Sectorial: Cultivo de Maíz. 2023.* [en línea]. Ecuador: Subgerencia de Análisis de Productos y Servicios, Agricultura, Ganadería, Silvicultura y Pesca, 2023. [Consulta: 01 diciembre 2023]. Disponible en: <https://www.cfn.fin.ec/wp-content/uploads/downloads/biblioteca/2023/fichas-sectoriales-2-trimestre/Ficha-Sectorial-Cultivo-de-maiz.pdf>
- 24. CORTES, William; et al.** “Cuantificación de azúcares reductores en las cáscaras de naranja y banano”. *Revista de Tecnología* [en línea], 2014, (Colombia), vol. 12 (2). págs. 72-76. [Consulta: 01 septiembre 2023]. ISSN: 1692-1399. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=6041504>
- 25. CRUZ, Evelin. et al.** “Síntesis y caracterización de nano partículas de magnetita para la remoción de Cu^{2+} de aguas residuales”. *Revista Cubana de Física* [en línea], 2014, (Cuba), vol. 31 (16), págs. 1-3. [Consulta: 29 noviembre 2022]. Disponible en: <https://www.revistacubanadefisica.org/RCFextradata/OldFiles/2014/Vol31-N1E/RCF-31-1E-E016.pdf>
- 26. DEZA CARRASCO, Fabricio Eduardo & SALINAS HERRERA, Sofia Camila.** Evaluación del porcentaje de remoción de Cr (VI) proveniente de efluentes de curtido empleando nano partículas de magnetita (Fe_3O_4) sintetizadas con extracto de hueso de Olea europea. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Grado). Universidad Católica de Santa María, Facultad de Arquitectura, Ingeniería Civil y del Ambiente, Escuela Profesional de Ingeniería Ambiental. Arequipa-Perú. 2022. págs. 1-106. [Consulta: 29 noviembre 2022]. Disponible en: <https://repositorio.ucsm.edu.pe/server/api/core/bitstreams/1453d351-a3fc-4115-8110-937a5411490e/content>
- 27. DRISS ALAMI, Saloua Ben.** Aprovechamiento de hueso de aceituna, biosorción de iones metálicos. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Doctorado). Universidad de Granada, Departamento de Ingeniería Química. Granada-España. 2010. págs.1-251. [Consulta: 6 noviembre 2023]. Disponible en: <https://digibug.ugr.es/bitstream/handle/10481/6621/18935916.pdf?sequence=1>
- 28. FERRÉ, Nuria; et al.** “Diseño de un software para evaluar los riesgos de la exposición ambiental a través del agua, suelos y aire”. *Revista seguridad* [en línea], 2007, (España), 27 (108), págs. 50-58. [Consulta: 29 noviembre 2022]. ISSN 0212-1050 Disponible en: <https://app.mapfre.com/ccm/content/documentos/fundacion/prev-ma/revista-seguridad/n108-programa-hra-metales-pesados.pdf>

- 29. FIFIELD, F & KEALEY, D.** *Principles and Practice of Analytical Chemistry* [en línea]. 5° Edición. Reino Unido: Blackwell Science Ltd, 2000. [Consulta: 05 octubre 2023]. Disponible en: <http://anhihs.com/up/Principles%20and%20Practice%20of%20Analytical%20Chemistry%20%20F.W.%20Fifield%202000.compressed.pdf>
- 30. FLORES PIÑALOZA, Jhonny Javier & MAYO QUEVEDO, Santiago Mauricio.** Análisis de proceso de producción de accesorios elaborados a partir de la piel de conejo. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Grado). Universidad Técnica de Cotopaxi, Unidad Académica de Ciencias de Ingeniería y Aplicadas, Ingeniería Industrial. Latacunga-Ecuador. 2021. págs. 1-84. [Consulta: 26 diciembre 2022]. Disponible en: <http://repositorio.utc.edu.ec/bitstream/27000/8323/1/PI-001842.pdf>
- 31. FORERO, Jorge; et al.** “Aplicación de procesos de oxidación avanzado como tratamiento de fenol en aguas residuales de refinerías”. *Ciencias, Tecnología y futuro* [en línea], 2005, (Colombia), vol. 3 (1), págs. 97-108. [Consulta: 27 diciembre 2022]. Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=46530107>
- 32. GALVÃO, Luis & COREY, Germán.** *Serie vigilancia 5 Cromo* [en línea]. Metepec-Mexico: Departamento Mundial de la Salud, 1987. [Consulta: 04 diciembre 2023]. Disponible en: https://iris.paho.org/bitstream/handle/10665.2/55645/cromo_spa.PDF?sequence=1
- 33. GANAPATHE, Lokesh; et al.** “Magnetite (Fe₃O₄) Nanoparticules in Biomedical Application: From synthesis to surface functionalization”. *Magnetochemistry* [en línea], 2020, (Malaysia), vol. 6(4), págs. 1-35. [Consulta: 14 enero 2023]. Disponible en: <https://www.mdpi.com/2312-7481/6/4/68>
- 34. GAWANDE, Manoj; et al.** “Nano-magnetite (Fe₃O₄) as a support for recyclable catalysts in the development of sustainable methodologies”. *The Royal Society of Chemistry* [en línea], 2013, (Portugal), vol. 42 (8), págs. 3371-3393. [Consulta: 29 noviembre 2022]. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/235658753_Nano-Magnetite_Fe3O4_as_a_Support_for_Recyclable_Catalysts_in_the_Development_of_Sustainable_Methodologies

- 35. GOLDSTEIN, Joseph; et al.** *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis* [en línea]. 3^o Edition. New York-United States of America: Kluwer Academic & Plenum Publisher. 2003. [Consulta: 05 octubre 2023]. Disponible en: https://books.google.com.ec/books?hl=es&lr=&id=D0I_DwAAQBAJ&oi=fnd&pg=PR5&dq=34.+GOLDSTEIN,+J.+et+al.+Scanning+Electron+Microscopy+and+X-Ray+Microanalysis&ots=37LL4mCnsj&sig=-Qvi1RHMysh-32qW3jg4gYFluNo#v=onepage&q=34.%20GOLDSTEIN%2C%20J.%20et%20al.%20Scanning%20Electron%20Microscopy%20and%20X-Ray%20Microanalysis&f=false
- 36. GOMIS, Vicente.** *Tema 7. Espectroscopia de emisión y absorción atómica* [en línea]. Alicante-España: Departamento de Ingeniería Química, 2008. [Consulta: 05 octubre 2023]. Disponible en: <http://rua.ua.es/dspace/handle/10045/8252?locale=en#vpreview>
- 37. GRAJALES, Tevni.** *Tipos de Investigación* [en línea]. 2000. [Consulta: 28 diciembre 2022]. Disponible en: <https://cmappublic2.ihmc.us/rid=1RM1F0L42-VZ46F4-319H/871.pdf>
- 38. GUERRERO, Manuel.** *El agua: Fondo de cultura económica* [en línea]. Mexico: Fondo de la Cultura Económica, 2012. [Consulta: 29 de diciembre 2022]. Disponible en: https://books.google.es/books?hl=es&lr=&id=Omnmv6A0e_sC&oi=fnd&pg=PT3&dq=agua+&ots=QbDv72Q3db&sig=FLsR2Hc1jBrparDIyMTf1cIF8EI#v=onepage&q&f=false
- 39. HERBERT, Kelli & TROCONIS, Alejandra.** “Funcionamiento de una planta de tratamiento de aguas residuales”. *Mapa de la plata* [en línea], 2010, (United States of America), págs. 1-40. [Consulta: 7 junio 202]. Disponible en: https://www.belzona.com/es/solution_maps/wastewater/money_map.pdf
- 40. HERNÁNDEZ, Roberto; et al.** *Metodología de la Investigación* [en línea]. Colombia: MCGRAW-HILL. 1997. [Consulta: 28 diciembre 2022]. Disponible en: https://www.uv.mx/personal/cbustamante/files/2011/06/Metodologia-de-la-Investigaci3n_Sampieri.pdf
- 41. HIMANSHU, Patel.** “Fixed-bed column adsorption study: a comprehensive review”. *Applied Water Science* [en línea], 2019, (India), vol. 9 (45), págs. 1-17. [Consulta: 27 septiembre 2023]. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s13201-019-0927-7>
- 42. HODELIN, Radames; et al.** “Adsorción de cromo (VI) y plomo (II) sobre la biomasa seca

de *kluuveromyces marxianus* CCEBI 2011”. *Revista Cubana de Química* [en línea]. 2022, (Cuba), vol. 34 (1), págs. 1-12. [Consulta: 30 noviembre 2023]. ISSN: 2224-5421. Disponible en: http://scielo.sld.cu/scielo.php?pid=S2224-54212022000100111&script=sci_arttext

43. **LARA GONZÁLES, Luis Ángel.** Diseño y caracterización de un material compuesto a base de resina poliéster y polvos de magnetita. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Doctorado). Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Facultad de Ingeniería, Escuela de Posgrados de Ingeniería. Tunja-Colombia. 2019. págs.1-214. [Consulta: 23 mayo 2023]. Disponible en: <https://repositorio.uptc.edu.co/handle/001/3692>
44. **LEÓN ORTIZ, Gonzalo Rodrigo.** Estudio de la adsorción de irgasán y cafeína utilizando residuos lignocelulósicos modificados con óxido de titanio. [en línea]. (Trabajo de titulación) (grado). Escuela Politécnica Nacional, Facultad de Ingeniería Civil y Ambiental. Quito-Ecuador. 2018. págs. 1-143. [Consulta: 11 octubre 2023]. Disponible en: <https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/19349/1/CD-8728.pdf>
45. **LESME, René; et al.** “Estudio de la gasificación de la tusa del maíz para la generación de electricidad”. *Revista Scielo* [en línea], 2020, (Cuba), vol. 23(3), págs. 1-9. [Consulta: 26 noviembre 2022]. ISSN: 1815-5944. Disponible en: <http://scielo.sld.cu/pdf/im/v23n3/1815-5944-im-23-03-e613.pdf>
46. **MINISTERIO DE AMBIENTE, AGUA Y TRANSICIÓN ECOLÓGICA.** *Libro VI - Anexo I. Revisión del Anexo 1 Texto Unificado de Legislación Secundaria del Ministerio del Ambiente: Norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes al recurso agua.* [en línea]. 2015. [Consulta: 29 noviembre 2022] Disponible en: <https://www.cip.org.ec/attachments/article/1579/PROPUESTA%20ANEXO%201.pdf>
47. **MARIMON BOLIVAR, Wilfredo.** Ingeniería de nanopartículas magnéticas para la remoción de metales pesados en agua. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Doctorado). Pontificia Universidad Javeriana, Facultad de Ingeniería, Instituto Geofísico. Bogotá-Colombia. 2018. págs. 1-148. [Consulta: 29 noviembre 2022] Disponible en: <https://repository.javeriana.edu.co/bitstream/handle/10554/39649/Documento.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
48. **MARTÍNEZ ORTIZ, Juan Pablo.** Diseño de una planta de tratamiento de aguas residuales en la empresa de curtiembre Aldas. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Grado). Universidad

Técnica de Ambato, Facultad de Ingeniería Industrial en Proceso de Automatización. Ambato-Ecuador. 2016. págs. 1-238. [Consulta: 27 noviembre 2022]. Disponible en: <https://repositorio.uta.edu.ec/handle/123456789/24502>

49. **MARTÍNEZ, Virginia.** Efecto de la maduración de ka turba sobre su capacidad de adsorción de metales pesados. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Grado). Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ciencias, Escuela de Química, Departamento de Geoquímica. Caracas-Venezuela. 2008. págs. 1-94. [Consulta: 30 noviembre 2023]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/10872/9477>
50. **MARTOS LÓPEZ, Ángel.** La importancia del agua en nuestro planeta. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Maestría). Universidad de Jaén, Centro de Estudios de Posgrado, Departamento Didácticas de las Ciencias Experimentales. Jaén-España. 2015. págs.1-73. [Consulta: 29 diciembre 2022]. Disponible en: <https://crea.ujaen.es/jspui/bitstream/10953.1/2374/1/MARTOS%20LÓPEZ%2C%20ÁNGEL.pdf>
51. **NAJAB, Julius; et al.** “Kruskal-wallis test”. *Journal of the Statistical Association* [en línea], 1952, vol. 47 (260), págs. 583-621. [Consulta: 04 octubre 2023]. Disponible en: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/9780470479216.corpsy0491>
52. **MEDINA, M., POZO, P.** “Determinación de cromo hexavalente en descargas de aguas residuales de una curtiembre, ubicada en el sector de Izamba, Ambato en la provincia de Tungurahua, mediante espectrofotometría de absorción atómica”. *InfoANALÍTICA* [en línea], 2013, (Ecuador), vol. 1 (1), págs. 83-101. [Consulta: 27 noviembre 2022]. ISSN 2477-8788. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=8382680>
53. **MENDOZA MOGOLLON, Magda Melisa.** Remoción de cromo en agua mediante remoción en nanopartículas de magnetita. [en línea]. (Trabajo de Grado) (Grado). Universidad de Pamplona, Ingenierías y Arquitectura. Pamplona-Colombia. 2016. págs. 1-50. [Consulta: 29 noviembre 2022]. Disponible en: http://repositoriodspace.unipamplona.edu.co/jspui/bitstream/20.500.12744/1423/1/Mendoza_2016_TG.pdf
54. **MENESES, Yeni; et al.** “Remoción de cromo en aguas residuales industriales mediante el uso de la biomasa de spirulina sp, sedimentación primaria y precipitación química”. *Revista*

de Investigación Agraria y Ambiental [en línea], 2018, (Colombia), vol. 10 (1), págs. 141-152. [Consulta: 16 marzo 2023]. ISSN: 21456097. Disponible en: <https://hemeroteca.unad.edu.co/index.php/riaa/article/view/2326>

55. MINISTERIO DE AMBIENTE, AGUA Y TRANSICIÓN ECOLÓGICA. *Capítulo 11: La industria de los cueros (a base de sales de cromo, con agentes vegetales)*. [en línea]. Ecuador: Proyecto de Implementación del enfoque en la gestión de productos químicos a nivel internacional, 2011. [Consulta: 7 junio 2023]. Disponible en: <https://www.ambiente.gob.ec/wp-content/uploads/downloads/2013/03/PART2.pdf>

56. MINISTERIO DE SALUD PÚBLICA. *Ley Organica de Salud* [en línea]. Ecuador: Republica del Ecuador, 2015. [Consulta: 7 junio 2023]. Disponible en: <https://www.salud.gob.ec/wp-content/uploads/2017/03/LEY-ORGÁNICA-DE-SALUD4.pdf>

57. MOLINA, Nancy; et al. “Plomo, cromo III y cromo VI y sus efectos sobre la salud humana”. *Ciencias & Tecnología para la salud visual y ocular*. [en línea], 2010, (Colombia), 8 (1), págs. 77-88. [Consulta: 27 diciembre 2022]. Disponible en: <https://ciencia.lasalle.edu.co/cgi/viewcontent.cgi?article=1058&context=svo>

58. NAVARRO, Abel; et al. “Elucidación del efecto del pH en la adsorción de metales pesados mediante biopolímeros naturales: cationes divalentes y superficies activas”. *Revista Iberoamericana de Polímeros* [en línea], 2006, (Perú), vol. 7 (2), págs. 113-126. [Consulta: 18 enero 2023]. Disponible en: <https://reviberpol.files.wordpress.com/2019/08/2006-navarro.pdf>

59. NOVAL, Virginia; et al. “Magnetita (Fe₃O₄): Una estructura inorgánica con múltiples aplicaciones en catálisis heterogénea”. *Revista Colombiana de Química* [en línea]. 2017, (Colombia), vol. 46 (1), págs. 1-21. [Consulta: 23 de mayo de 2023]. ISSN 0120-2804. Disponible en: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0120-28042017000100042&lng=es&nrm=iso&tlng=es

60. ORÉ, Franklin; et al. “Biosorción de Pb (II) de aguas residuales de mina usando marlo de maíz (zea mays)”. *Revista de la Sociedad Química del Perú* [en línea], 2015, (Perú), vol. 81 (2), págs. 122-134. [Consulta: 14 septiembre 2023]. ISSN 1810-634X. Disponible en: http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2015000200005

- 61. OROZCO, Alvaro.** *Bioingeniería de aguas residuales: teoría y diseño* [en línea]. Bogotá-Colombia: Acodal, 2005. [Consulta: 29 diciembre 2022]. Disponible en: https://books.google.es/books?hl=es&lr=&id=t5w5EZf1VhMC&oi=fnd&pg=PP17&dq=aguas+residuales&ots=My_5jDGwSd&sig=YevReSBu5qIXkE9i7DjuTSxOXC0#v=onepage&q&f=false
- 62. ORTIGOZA, Javier; et al.** *Guía Técnica. Cultivo de Maíz*. [en línea]. San Lorenzo-Paraguay: Proyecto Paquetes Tecnológicos, 2019. [Consulta: 26 diciembre 2022]. Disponible en: https://www.jica.go.jp/paraguay/espanol/office/others/c8h0vm0000ad5gke-att/gt_04.pdf
- 63. OTERO MÁRQUEZ, Javier.** Estudio del superparamagnetismo: nanomagnetismo en partículas. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Maestría). University of Edinburg. 2014. Págs. 2-19. [Consulta: 27 diciembre 2022]. Disponible en: https://www.researchgate.net/profile/Javier-Otero/publication/280720713_Estudio_del_superparamagnetismo_nanomagnetismo_en_particulas/links/55c28b8208aeb975673e4619/Estudio-del-superparamagnetismo-nanomagnetismo-en-particulas.pdf
- 64. PALOMINO LANDAZURI, Alex Fabricio.** Degradabilidad y cinética ruminal in vitro de residuos agroindustriales de maíz (*Zea mays*), (cáscara, pelusa, tusa y panca), utilizadas en alimentos de rumiantes. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Grado). Universidad Técnica Estatal de Quevedo, Facultad de Ciencias Pecuarias, Carrera de Ingeniería Zootécnica. Mocache-Ecuador. 2020. págs. 1-58. [Consulta: 17 noviembre 2023]. Disponible en: <https://repositorio.uteq.edu.ec/server/api/core/bitstreams/949ef95a-2d51-4cf5-87f0-ca99b9942c44/content>
- 65. PEÑA, Gabriela; et al.** “Efecto de la concentración de magnetita en la estructura, propiedades eléctricas y magnéticas de un material compuesto a base de resina de poliéster”. *TecnoLógicas* [en línea]. 2018, (Colombia), vol. 21 (41), págs. 13-27. [Consulta: 17 octubre 2023]. ISSN: 2256-5337. Disponible en: <https://revistas.itm.edu.co/index.php/tecnologicas/article/view/708/688>
- 66. PINTADO PALTÁN, Katherine Estefanía.** Comparación de la biosorción y desorción de metales pesados mediante el uso de marlo de maíz (*Zea mays*) en aguas contaminadas. [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Grado). Universidad Politécnica Salesiana, Sede Cuenca.

Cuenca-Ecuador. 2018. págs. 1-134. [Consulta: 26 noviembre 2022]. Disponible en: <https://dspace.ups.edu.ec/bitstream/123456789/16226/1/UPS-CT007883.pdf>

- 67. RAMALHO, Rubens.** *Tratamiento de aguas residuales* [en línea]. 2° edición. Barcelona-España: Editorial REVERTÉ S.A., 2021. [Consulta: 29 diciembre 2022]. Disponible en: <https://books.google.es/books?hl=es&lr=&id=T9MfEAAAQBAJ&oi=fnd&pg=PR5&dq=metodos+para+el+tratamiento+de+aguas+residuales+&ots=3jLPjn-nxe&sig=W1JSnqplwWxvXy-4lkjdOzvCG8M#v=onepage&q&f=false>
- 68. ROBLES, Diana; et al.** “Síntesis de nanopartículas de magnetita a partir del extracto de cáscara de papaya para la degradación de colorantes azoicos en soluciones acuosas”. *Ingeniare Revista Chilena de Ingeniería* [en línea]. 2019, (Chile), vol. 27 (3), págs. 1-14. [Consulta: 29 noviembre 2022]. ISSN 0718-3305. Disponible en: https://www.scielo.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0718-33052019000300431&lang=es%201/14
- 69. RODRÍGUEZ GÓMEZ, Oscar Eduardo.** Biosorción estática de mercurio (II) mediante masa residual de tallos de rosa modificada (*rosa sp*) en disoluciones acuosas. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Grado). Universidad Científica del Sur, Facultad de Ciencias Ambientales. Lima-Perú. 2021. págs. 1-142. [Consulta: 01 septiembre 2023]. Disponible en: <https://repositorio.cientifica.edu.pe/bitstream/handle/20.500.12805/2065/TL-Rodriguez%20O-Ext.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- 70. ROJAS SILVA, Cesar Enrique.** Síntesis y caracterización de nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4) Para un estudio en la remoción de metales pesados (Zn, Pb, Cr) presentes en el agua, como fortalecimiento a los procesos de tratamiento convencionales. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Grado). Universidad de Pamplona, Facultad de Ingeniería y Arquitectura, Departamento de Ingeniería Química. Pamplona - Colombia. 2016, págs. 1-66. [Consulta: 7 junio 2023]. Disponible en: http://repositoriodspace.unipamplona.edu.co/jspui/bitstream/20.500.12744/4940/1/Rojas_2017_TG.pdf
- 71. ROSAS, D; et al.** “Revalorización de algunos residuos agroindustriales y su potencial aplicación a suelos agrícolas”. *Agroproductividad*. [en línea], 2016, (México), vol. 9 (8), págs. 18-23. [Consulta: 28 diciembre 2022]. Disponible en: <https://revista-agroproductividad.org/index.php/agroproductividad/article/view/796/661>

- 72. SANCHEZ QUISPE, Joyce Melanny.** Biosorción de plomo y cadmio con la tusa de maíz (*zea mays.L.*), en las aguas del río Rímac-Zona de Corcona, Huarochirí. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Grado). Universidad César Vallejo, Facultad de Ingeniería, Escuela Profesional de Ingeniería Ambiental. Lima-Perú. 2018. págs. 1-137. [Consulta: 13 septiembre 2023]. Disponible en: https://repositorio.ucv.edu.pe/bitstream/handle/20.500.12692/28170/Sanchez_QJM.pdf?sequence=4&isAllowed=y
- 73. SCHWERTMANN, Udo. & CORNELL, Rochelle.** *Preparación and Characterization*. [en línea]. 2° edición. Wiley-VCH, 2000. págs. 1-204. [Consulta: 16 enero 2023]. <https://books.google.com.ec/books?hl=es&lr=&id=yfOrDwOvCYkC&oi=fnd&pg=PP2&dq=SCHWERTMANN,+U.,+CORNELL,+M.+Preparación+and+Characterization&ots=Kb4g5jke5D&sig=XARJh1TTOvma-KAqYqhCwxG364I#v=onepage&q=SCHWERTMANN%2C%20U.%2C%20CORNELL%2C%20M.%20Preparación%20and%20Characterization&f=false>
- 74. SILVA, María. & SALINAS, Diego.** “La contaminación proveniente de la industria curtiembre, una aproximación a la realidad ecuatoriana”. *Revista Científica Uisrael* [en línea], 2022, (Ecuador), vol. 9 (1), págs. 1-12. [Consulta: 29 noviembre 2022]. ISSN: 2631-2786. Disponible en: <https://revista.uisrael.edu.ec/index.php/rcui/article/view/427/499>
- 75. STARBIRD, Ricardo. & MONTERO, Virginia.** “Síntesis de nanopartículas de óxido de hierro para la remoción de arsénico del agua de consumo humano”. *Tecnología en Marcha* [en línea], 2015, (Costa Rica), vol. 28 (3), págs. 45-54. [Consulta: 29 noviembre 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.sa.cr/pdf/tem/v28n3/0379-3982-tem-28-03-00045.pdf>
- 76. STUART, Barbara.** *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications* [en línea]. Wiley, 2004. [Consulta: 04 octubre 2023]. Disponible en: <https://www.pharmaresearchlibrary.com/wp-content/uploads/2013/04/Infrared-Spectroscopy-Fundamentals-and-Applications-Barbara-Stuart.pdf>
- 77. TEJADA, Candelaria; et al.** “Adsorción de metales pesados en aguas residuales usando materiales de origen biológico”. *Tecnológicas* [en línea], 2015, (Colombia), vol. 18 (34). págs. 109-123. [Consulta: 14 enero 2023]. ISSN: 0123-7799. Disponible en: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0123-77992015000100010

- 78. TEJADA, Candelaria; et al.** “Absorción de cromo hexavalente en soluciones acuosas por cascara de naranja (*Citrus sinensis*)”. *Revista Producción + Limpia* [en línea], 2015, (Colombia), vol. 10 (1), págs. 1-10. [Consulta: 13 septiembre 2023]. ISSN 1909-0455. Disponible en: http://www.scielo.org.co/scielo.php?pid=S1909-04552015000100002&script=sci_abstract&tlng=es
- 79. TRUJILLO TRUJILLO, Hernán.** Producción de xilanasa a partir de la cepa *Rh. pusillus* en fermentación en medio sólido aplicando un diseño experimental Taguchi L9. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Grado). Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro, Departamento de Ciencias y Tecnología de los Alimentos. Coahuila-Mexico. 2016. págs.1-35. [Consulta: 19 enero 2023]. Disponible en: <http://repositorio.uaaan.mx:8080/xmlui/bitstream/handle/123456789/7943/T20745%20TRUJILLO%20TRUJILLO%2C%20HERNAN%20%2063905.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- 80. URBANO NOGUERA, Rubén Darío.** Evaluación de la adsorción de cromo hexavalente y fenton heterogéneo para el tratamiento de aguas residuales sintéticas de curtiduría utilizando nanopartículas de hierro soportadas en cascarilla de café. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Maestría). Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín. Medellín-Colombia. 2021. págs. 1-142. [Consulta: 17 septiembre 2023]. Disponible en: <https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/80093>
- 81. VARGAS, Yury & PÉREZ, Liliana.** “Aprovechamiento de residuos agroindustriales para el mejoramiento de la calidad del ambiente”. *Revista Facultad de Ciencias Básicas* [en línea], 2018, (Colombia), vol. 14 (1), págs. 59-72. [Consulta: 28 diciembre 2022]. ISSN: 1900-4699. Disponible en: <https://revistas.unimilitar.edu.co/index.php/rfcb/article/view/3108/2874>
- 82. VARGAS, Zoila.** “La investigación aplicada: una forma de conocer las realidades con evidencia científica”. *Revista Educación* [en línea], 2022, (Costa Rica), vol. 33 (1), págs. 155-165. [Consulta: 28 diciembre 2022]. ISSN: 0379-7082. Disponible en: <https://www.redalyc.org/pdf/440/44015082010.pdf>
- 83. VERA MORENO, Francisco Salvador.** Síntesis y caracterización de nanopartículas de hierro (magnetita). [en línea]. (Trabajo de titulación) (Grado). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Escuela de Física y Matemática. Riobamba-Ecuador.

2018. págs. 1-88. [Consulta: 13 octubre 2023]. Disponible en:
<http://dspace.espoch.edu.ec/bitstream/123456789/8971/1/86T00067.pdf>

84. VIÑALS, Mabel; et al. “Obtención de etanol a partir de biomasa lignocelulósica”. *ICIDA. Sobre los derivados de la caña de azúcar* [en línea], 2012, (Cuba), vol. 46 (1). págs. 7-16. [Consulta: 7 junio 2023]. ISSN: 0138-6204. Disponible en:
<http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=223123848002>

85. YANG, Ce; et al. “Fe₃O₄ nanostructures: synthesis, growth mechanism, properties, and applications”. *Chem. Communications* [en línea], 2011, vol. 1 (18), págs. 5130-5141. [Consulta: 29 noviembre 2022]. Disponible en:
<https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2011/cc/c0cc05862a>

86. ZÚNIGA, Donaldo, & MENDOZA, Rafael. *Gestión y manejo del agua en la agricultura.* [en línea]. Siguatepeque-Honduras: 2021. [Consulta: 6 junio 2023]. Disponible en:
<https://repositorio.iica.int/bitstream/handle/11324/19866/CDHN22038298e.pdf?sequence=1&isAllowed=y>



ANEXOS

ANEXO A: DATOS OBTENIDOS DESPÚES DE LA EXPERIMENTACION PARA DETERMINAR LA CONCENTRACION FINAL Y % ADSORCIÓN DE CR TOTAL

Concentración final de cromo después del proceso de adsorción con el composito

Tiempo (min)	Concentración final de cromo (mg/L)								
	C _o 18.32 mg/L			C _o 82 mg/L			C _o 54 mg/L		
120	15.55	13.59	15.63	0	0	0	0	0	0
240	14.26	13.31	14.32	0	0	0	0	0	0
360	10.27	11.61	11.54	0.13	0	0	0	0	0
480	8.89	11.23	9.77	0	0.36	0	0	0	0
600	8.53	10.74	9.14	1.55	1.38	1.37	0	0	0
720	7.56	9.37	7.57	0.93	0.93	0.98	0	0	0

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2024.

Concentración final de cromo después del proceso de adsorción con la tusa de maíz hidrolizada

Tiempo (min)	Concentración final de cromo (mg/L)		
	C _o 18.32 mg/L		
120	2.76	2.52	2.85
240	3.11	2.66	2.10
360	3.02	2.79	3.22
480	3.22	2.91	2.79
600	2.86	2.63	2.92
720	2.87	2.71	2.74

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2024.

ANEXO B: DATOS OBTENIDOS PARA LA CURVA DE RUPTURA

Concentración final de cromo del agua residual real después del proceso de adsorción con el composito

Tiempo (min)	C _o (mg/L)	C _t (mg/L)	C _t /C _o
120	18.32	7.56	0.41
240	18.32	8.53	0.47
360	18.32	9.37	0.51
480	18.32	11.23	0.61
600	18.32	14.32	0.78
720	18.32	15.63	0.85

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2024.

Concentración final de cromo del agua residual sintética después del proceso de adsorción con el composito

Tiempo (min)	C _o (mg/L)	C _t (mg/L)	C _t /C _o
120	83	0	-
240	83	0	-
360	83	0.043	0.0015
480	83	0.12	0.0044
600	83	0.67	0.012
720	83	1.43	0.019

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2024.

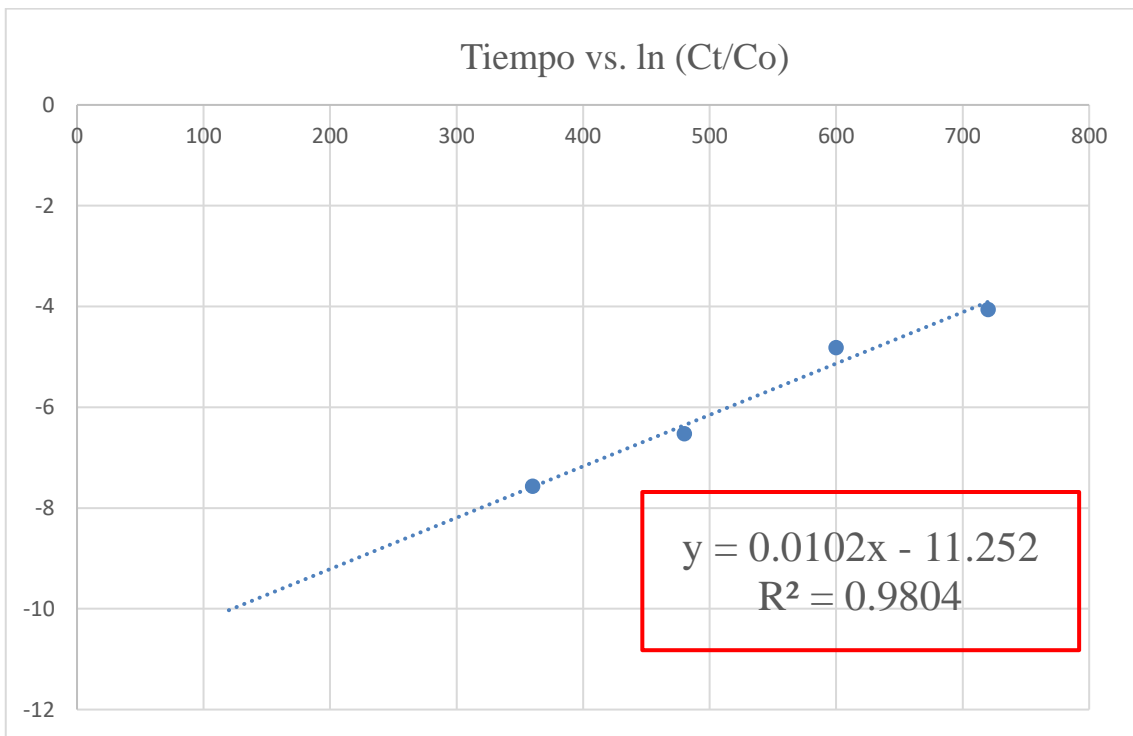
ANEXO C: APLICACIÓN DEL MODELO DE WOLBORSKA

Concentración final de cromo del agua residual sintética después del proceso de adsorción con el composito

Tiempo (min)	C _o (mg/L)	C _t (mg/L)	C _t /C _o	ln (C _t /C _o)
120	83	0	-	-
240	83	0	-	-
360	83	0.043	0.0015	7.57
480	83	0.12	0.0044	6.53
600	83	0.67	0.012	4.82
720	83	1.43	0.019	4.06

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2024.

Aplicación del modelo de Wolborska para el agua residual sintética de 83 ppm.



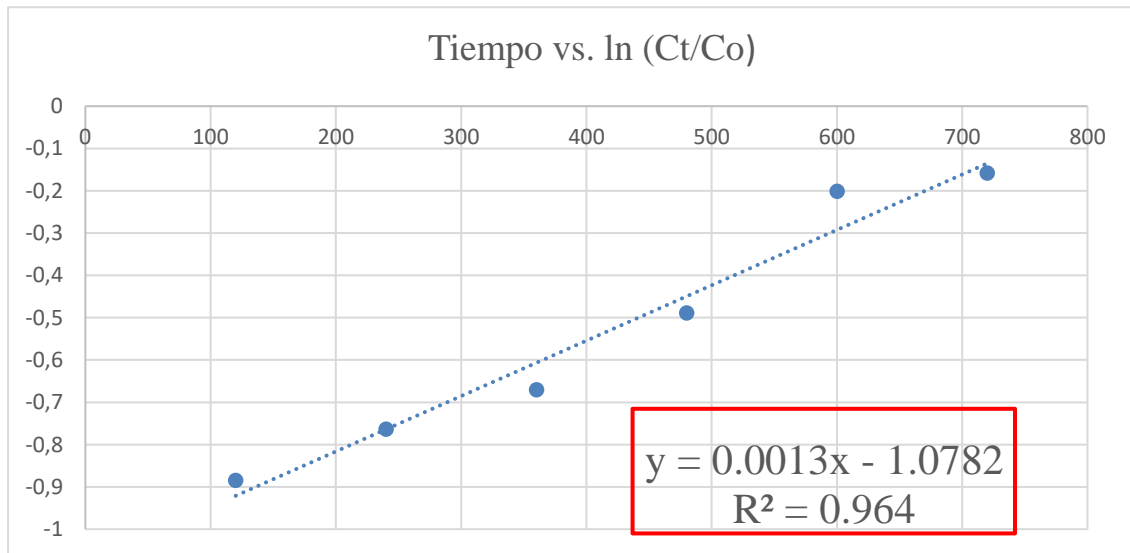
Realizado por: Nuñez, E., Salguero, E., 2024.

Concentración final de cromo del agua residual real después del proceso de adsorción con el composito

Tiempo (min)	Co (mg/L)	Ct (mg/L)	Ct/ Co	ln (Ct/ Co)
120	18.32	7.56	0.41	-0.89
240	18.32	8.53	0.47	-0.76
360	18.32	9.37	0.51	-0.67
480	18.32	11.23	0.61	-0.49
600	18.32	14.32	0.78	-0.24
720	18.32	15.63	0.85	-0.16

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2024.

Aplicación del modelo de Wolborska para el agua residual real de 18.32 ppm.



Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2024.

ANEXO D: PARÁMETROS DE LA COLUMNA EN LECHO FIJO

Datos utilizados para el cálculo de los parámetros de la columna en lecho fijo.

	Sintética	Sintética	Real
Q (mL/min)	0.22		
M (g)	5		
T_{total} (min)	720		
C_o (mg/L)	54	83	18.32
C_r (mg/L)	2160	3320	732.8

Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2024.

ANEXO E: AGUA RESIDUAL TRATADA

a) Muestras resultantes del agua residual tratada



Realizado por: Nuñez E., Salguero E., 2024.

ANEXO F: DIGESTIÓN ÁCIDA PARA LA DETERMINACIÓN DE MAGNETITA

a) Pesaje, digestión y filtrado.

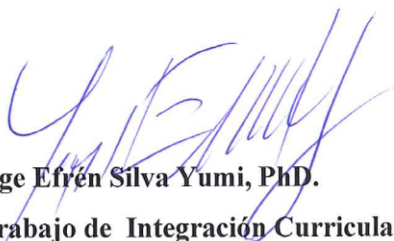



Realizado por: Nuñez, E., Salguero, E., 2024.



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
CERTIFICADO DE CUMPLIMIENTO DE LA GUÍA PARA
NORMALIZACIÓN DE TRABAJOS DE FIN DE GRADO

Fecha de entrega: 12/06/2024

INFORMACIÓN DEL AUTOR
Nombres – Apellidos: Esthefanny Nataly Nuñez Herrera Edison Fernando Salguero Silva
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: Ciencias
Carrera: Química
Título a optar: Química/o
<p style="text-align: center;"> Dr. Jorge Efrén Silva Yumi, PhD. Director del Trabajo de Integración Curricular</p> <p style="text-align: center;"> Ing. Carlos Alcibar Medina Serrano Asesor del Trabajo de Integración Curricular</p>