

**UNIVERSIDAD NACIONAL
JOSÉ FAUSTINO SÁNCHEZ CARRIÓN**



ESCUELA DE POSGRADO

TESIS

**PREPARACION DE COMPOSITO BASADO
EN OXIDO DE GRAFENO Y ZEOLITA
APLICADO COMO MATERIAL
ADSORBENTE EN COLORANTES
TEXTILES**

PRESENTADO POR:

ROCIO ISABEL RAMIREZ PANTI

**PARA OPTAR EL GRADO ACADÉMICO DE MAESTRO EN ECOLOGÍA Y
GESTIÓN AMBIENTAL**

ASESOR:

Dr. JOSÉ VICENTE NUNJA GARCIA

HUACHO – 2021

**PREPARACION DE COMPOSITO BASADO
EN OXIDO DE GRAFENO Y ZEOLITA
APLICADO COMO MATERIAL
ADSORBENTE EN COLORANTES TEXTILES**

PRESENTADO POR:

ROCIO ISABEL RAMIREZ PANTI

TESIS DE MAESTRIA

ASESOR:

Dr. JOSÉ VICENTE NUNJA GARCIA

UNIVERSIDAD NACIONAL

JOSÉ FAUSTINO SÁNCHEZ CARRIÓN

ESCUELA DE POSGRADO

MAESTRO EN ECOLOGÍA Y GESTIÓN AMBIENTAL

HUACHO

2021



DEDICATORIA

Esta tesis de maestría se la dedico a mis padres hermanos, a mis amigos y profesores que me apoyaron en el transcurso de todo este proceso.

Rocio Isabel, Ramirez Panti

AGRADECIMIENTO

Le agradezco a Dios por haberme acompañado y guiado a lo largo de mi carrera, por ser mi fortaleza en los momentos de debilidad y por brindarme una vida llena de aprendizajes, experiencias y sobre todo felicidad.

Le doy gracias a mis padres y hermanos por apoyarme en todo momento, por los valores que me han inculcado, y por haberme dado la oportunidad de tener una excelente educación en el transcurso de mi vida. Sobre por ser un excelente ejemplo a seguir.

De igual manera agradecer a mi profesor de Investigación y de Tesis de Grado, Dr. Nunja Garcia Jose Vicente y al Dr. Chuquilin Terán Carlos por su visión crítica de muchos aspectos cotidianos de la vida, apoyo, amistad, por su rectitud en su profesión como docente, por sus consejos, que ayudan a formarte como persona e investigador.

También me gustaría agradecer a mi amigo José Luis Cconislla Bello durante toda la investigación que ha aportado con su apoyo profesional, sus conocimientos de investigador y conocedor del área de las técnicas espectroscópicas, por sus consejos, su enseñanza y más que todo por su amistad.

Son muchas las personas que han formado parte de mi vida profesional a las que les encantaría agradecerles su amistad, consejos, apoyo, ánimo y compañía en los momentos más difíciles de mi vida. Algunas están aquí conmigo y otras en mis recuerdos y en mi corazón, sin importar en donde estén quiero darles las gracias por formar parte de mí, por todo lo que me han brindado y por todas sus bendiciones.

Rocio Isabel, Ramirez Panti

INDICE

DEDICATORIA	i
AGRADECIMIENTO	ii
RESUMEN	4
ABSTRACT	5
CAPITULO I	6
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	6
1.1 Descripción de la realidad problemática.	6
1.2 Formulación del problema	7
1.2.1 Problema General	7
1.2.2 Problemas Específicos	7
1.3 Objetivos de la investigación	7
1.3.1 Objetivo General	7
1.3.2 Objetivos Específicos	7
1.4 Justificación de la investigación	7
1.5 Delimitaciones del estudio	8
1.6 Viabilidad del estudio	8
CAPITULO II	10
MARCO TEORICO	10
2.1. Antecedentes de la investigación	10
2.1.1. Investigaciones internacionales.	10
2.1.2. Investigaciones nacionales.	12
2.2. Bases teóricas	13
2.3. Bases filosóficas	24
Definición de términos básicos	25
2.4. Hipótesis de investigación	27
2.5.1. Hipótesis General	27

2.5.2. Hipótesis Específica	27
2.5. Operacionalización de las variables	28
CAPITULO III	29
METODOLOGIA	29
3.1 Metodología	29
3.2 Diseño metodológico.	30
3.2.1 Tipo de investigación.	30
3.3 Población y muestra	30
3.4 Técnicas de recolección de datos	30
3.5 Técnicas para el procedimiento de la información	31
CAPITULO IV	35
RESULTADOS	35
4.1 Análisis de resultados	35
4.1.1 Reactivos y preparación	35
4.1.2 Preparación de las curvas de adsorción	35
4.1.3 Caracterización de los materiales	36
CAPITULO V	46
DISCUSIÓN	47
5.1. Discusión de resultados	47
5.1.2 Espectroscopia Infrarroja (FT-IR)	47
5.1.2 Espectroscopia Raman	48
5.1.3. Análisis Termogravimétrico (TGA)	49
5.1.4. Metodo Brunauer, Emmett y Teller (BET)	50
5.1.5. Isotermas de adsorción	50
5.1.6. Microscopia electrónica de barrido	52
5.2 Contrastación de hipótesis	46
CAPITULO VI	53

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	53
REFERENCIAS	54
Fuentes bibliográficas	54
ANEXOS	61



RESUMEN

Los colorantes son una clase compleja de compuestos orgánicos que tienen una amplia gama de aplicaciones en las industrias textiles que se mezclan con los recursos hídricos naturales, esta mezcla debe de prohibirse para la seguridad del ecosistema, que trae consigo problemas de contaminación en el agua, en el ambiente en general a la salud poblacional.

Por ello para combatir este problema se requieren nuevas alternativas adecuadas que contrarresten la problemática basadas en el uso efectivo y correcto de las propiedades de adsorción de la Zeolita y el óxido de grafeno como adsorbente para la adsorción de colorantes de aguas residuales textiles.

De manera que nuestra propuesta pretende desarrollar nuevos materiales con alta absorbancia, porosidad, fácil accesibilidad y bajo costo para la preparación del compuesto GO.zeolita-Cu; y su caracterización se realizara por FT-IR, UV-vis, TGA, Raman, SEM y DRX de este material.

Los resultados de las isotermas de adsorción revelaron que el compuesto preparado mejoro la adsorción del colorante tipo VC en comparación con los materiales iniciales (GO y zeolita). Por otra parte, la investigación muestra que las técnicas FT-IR, Raman, TGA y BET, nos muestran la mejora en las características del material final.

Palabras claves: oxido de grafeno, zeolita, adsorbente, colorantes textiles

ABSTRACT

Dyes are a complex class of organic compounds that have a wide range of applications in textile industries that are mixed with natural water resources, this mixture should be prohibited for the safety of the ecosystem, which brings problems of contamination in the water, in the general environment to population health.

Therefore, to combat this problem, new suitable alternatives are required to counteract the problem based on the effective and correct use of the adsorption properties of Zeolite and graphene oxide as adsorbent for the adsorption of textile wastewater dyes.

So our proposal aims to develop new materials with high absorbance, porosity, easy accessibility and low cost for the preparation of the composition GO.zeolita-Cu; and its characterization will be carried out by FT-IR, UV-vis, TGA, Raman, SEM and DRX of this material.

The results of the adsorption isotherms revealed that the prepared composition improved the adsorption of the VC type dye compared to the initial materials (GO and zeolite). On the other hand, the research shows that FT-IR, Raman, TGA and BET techniques show us the improvement in the characteristics of the final material.

Keywords: graphene oxide, zeolite, adsorbent, textile dyes

CAPITULO I

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1 Descripción de la realidad problemática.

El agua es un recurso renovable e imprescindible para la vida, la disponibilidad de recursos hídricos esta intrínsecamente ligada a la calidad del agua, el desarrollo económico de las grandes ciudades y las distintas actividades productivas ha continuado produciendo impacto en la calidad del agua. Si bien el suministro de agua potable es nuestro principal problema, los efluentes domésticos e industriales que no son tratados antes de verse a la red del alcantarillado suelen ser un problema mucho mayor para la salud humana, el Perú genera aproximadamente 2 217 946 m³ por día de aguas residuales descargadas a la red del alcantarillado de las entidades prestadoras de servicio de saneamiento (EPS saneamiento). El 32 % de estas recibe tratamiento. Se estima que para el año 2024, el Perú generara más del doble de aguas residuales que actualmente se manejan.

El sector textil es una de las industrias con mayor consumo de agua y las aguas residuales que se generan contienen un gran número de contaminantes de diversa naturaleza. Entre los que destacan son los colorantes textiles, donde estos son resistentes a la degradación microbiana, por lo que es difícil eliminar en las plantas de tratamiento convencionales.

Existen más de diez mil tipos de pigmentos y colorantes sintéticos que son usados en diferentes industrias. Los colorantes están formados por grupos de átomos que son los responsables del color llamados “cromóforos”. Dentro de estos grupos se encuentra los azo (-N=N-), carbonilo (C=O), metilo (-CH₃), nitro y grupos quinoides. Así mismo estos se clasifican de acuerdo a su aplicación tales como: directos, reactivos, dispersos y entre otros [25 y 26]. Se ha reportado que el tiempo de vida media del colorante azul 19 es de 46 años a 25°C [27]. Actualmente, existen investigaciones para conservar el recurso hídrico, a través de diferentes métodos de destrucción o remoción de los colorantes textiles.

1.2 Formulación del problema

1.2.1 Problema General

- ❖ ¿Cuál es la preparación del composito basado en óxido de grafeno y zeolita para la elaboración de un material adsorbente de colorantes textiles?

1.2.2 Problemas Específicos

- ❖ ¿Existen materiales adsorbentes de colorantes textiles en el Perú?
- ❖ ¿Cuál es el proceso para la preparación del material adsorbente?
- ❖ ¿Cuál es el tratamiento del óxido de grafeno y zeolita para la elaboración del composito?

1.3 Objetivos de la investigación

1.3.1 Objetivo General

- ❖ Desarrollar materiales adsorbentes basados en óxido de grafeno-zeolita para la remoción de colorantes textiles.

1.3.2 Objetivos Específicos

- ❖ Sintetizar el composito basado en óxido de grafeno-zeolita.
- ❖ Caracterizar los óxido de grafeno, Zeolita y el sistema grafeno-zeolita empleando diversas técnicas tales como: superficiales (método de BET), estructurales (DRX), térmicas (TGA).
- ❖ Determinar de la eficiencia de remoción del colorante textil utilizando la técnica de espectroscópica de ultravioleta-visible.

1.4 Justificación de la investigación

El estudio se justifica por su pretensión de servir de base, para que mediante estudios a nivel de proyecto industrial pueda incrementar la industrialización de materiales adsorbentes de colorantes textiles en nuestro país. Esto a la luz de la amplia disponibilidad de este recurso potencial a base de óxido de grafeno, que obviamente, su industrialización significaría un gran aporte al desarrollo, no sólo por el producto en sí, sino por la mano de obra y por la reducción de la importación de productos similares.

En las aguas residuales existen elevada concentración de colorantes, contaminantes orgánicos, tensoactivos, sales y compuestos clorados. Existen diversos

procesos para tratar de eliminar o remover el colorante. Dentro de ellos se encuentra la coagulación-floculación, este proceso tiene la desventaja de formar lodo que elevaría el costo del tratamiento al igual que el proceso fenton, otra de las técnicas se encuentra la ozonización cuya desventaja se encuentra el tiempo de vida media del ozono, lo cual repercute significativamente en el costo del proceso; si se utiliza la tecnología de membranas esta genera un residuo con un alta concentración de contaminantes, las técnicas electroquímicas tiene la desventaja de un consumo elevado de energía y la generación de compuestos secundarios que disminuye la potencialidad del método.

Y por último se encuentra los procesos de adsorción si bien es una de las técnicas de fácil manejo, la eficacia del proceso de adsorción está influenciada por una gran variedad de parámetros, entre ellos la interacción entre el colorante y el adsorbente, la superficie, el tamaño de la molécula del colorante, la temperatura, el pH y el tiempo de contacto.

1.5 Delimitaciones del estudio

❖ Delimitación espacial:

- ✓ Departamento: Lima

❖ Delimitación de tiempo:

- ✓ Inicio del proyecto: agosto del 2018
- ✓ Término del proyecto: enero del 2019

1.6 Viabilidad del estudio

Para ser viable este proyecto se necesita de recursos humanos, económicos y materiales.

- ✓ **Recursos económicos:** a través del auto financiamiento que el alumno ponga ya que no se cuenta con el apoyo financiero con ninguna entidad ni pública ni privada.
- ✓ **Recursos Materiales:** cámara fotográfica y filmadora, computadora e impresora, papeles, bolígrafos y material bibliográfico.
- ✓ **Recursos humanos:**

- Profesor asesor del curso
- Tesista



CAPITULO II

MARCO TEORICO

2.1. Antecedentes de la investigación

2.1.1. Investigaciones internacionales.

Uno de los principales problemas ambientales es la contaminación del agua con colorantes orgánicos sintéticos, efluentes originados por las industrias textiles, vienen siendo grave para la salud y como tal, se viene realizando investigaciones para encontrar nuevos sistemas adsorbentes con alta capacidad de sorción y al mismo tiempo, lidiar con el problema. Existen diversos procesos de eliminación de los colorantes orgánicos, sin embargo, los métodos de adsorción generalmente son los más adecuados debido a su facilidad de operación.

Existen numerosos materiales adsorbentes, tales como: aserrín [1], cascaras de arroz [2], desechos de fertilizantes [3], desechos de procesamiento de quitosano [4], zeolitas [5], etc. En los últimos años, el grafeno ha atraído mucho interés en los investigadores que emplean técnicas de adsorción, debido a sus excelentes propiedades y estructura bidimensional [6].

La importante contribución de los compuestos de grafeno se basa en algunos parámetros como: la capacidad máxima de adsorción, el comportamiento cinético, la termodinámica y la posible capacidad de reutilización. Los datos demuestran claramente que la capacidad de adsorción de compuestos de grafeno es muy alta (hasta 1300 mg g^{-1} dependiendo del tipo de molécula del colorante) [7]. La mayoría de los trabajos se han adaptado con éxito al modelo de isothermas de Langmuir y a la ecuación cinética de pseudo segundo orden [8], para destacar la superioridad de los compuestos de grafeno, la comparación con otros adsorbentes. [9]

Wang y sus colaboradores explican en detalle la síntesis del oxido de grafeno como la exfoliación del grafito y la oxidación química utilizando la técnica de Brodie [10,11]. Brodie y Staudenmaier desarrollo una mezcla

oxidante (KClO_4 con HNO_3) que podía formar óxido de grafeno con carbonos de tienen estructura gráfica [12,13]. Más tarde, Hummers y Offeman introdujeron un método conveniente para preparar GO utilizando H_2SO_4 y KMnO_4 [14].

Por otro lado, la zeolita presenta ventajas, como fácil regeneración, bajo costo, protección ambiental, estabilidad térmica, alta capacidad de intercambio catiónico y lo más importante una elevada área superficial [15]. Dentro de una variedad de zeolita, la más utilizada es la zeolita Beta, debido a que posee características importantes como, poros grandes, alta relación Si/Al y tres redes dimensionales de poro [16].

En adición realizaron estudios donde encontraron que la capacidad máxima de adsorción con la zeolita beta para el Pb^{2+} fue de $2,8 \text{ meq g}^{-1}$ [17]; los compuestos CaY/Beta y CeY/beta removieron el tiofeno y quinolina [18]. De lo mencionado se puede observar que hay muchas investigaciones donde la zeolita posee un rol principal como adsorbentes de diferentes compuestos, así como también estudiaron la adsorción de n-butano [19].

Zhi-Lin y colaboradores sintetizaron óxidos de grafeno cubierto con zeolita por el método de injerto, donde encontró que la capacidad de adsorción fue $64,47 \text{ meq g}^{-1}$ para la rodamina B comparado con otras bibliografías el resultado mejoro, el rol del óxido fue interactuar con la carga positiva de especies tales como iones metálicos y colorantes [20].

Recientemente, está siendo estudiados los óxidos de grafeno reducido (RGO) debido a las propiedades ópticas, eléctricas y químicas donde se busca utilizar agentes reductores que sean amigables con el medio ambiente, así como el extracto de la hoja de eucalipto. Xiaoying y sus colegas identificaron las principales biomoléculas para poder reducir el óxido de grafeno, ellos aplicaron la adsorción del azul de metileno utilizando el grafeno reducido, grafeno comercial, carbón activado, y polvo de grafito, donde observo que la mayor adsorción fue con el uso del OG reducido [21].

Existen diversos métodos de la remoción de colorantes textiles, así encontramos el trabajo de Mahadwad [22] que uso la degradación fotocatalítica del colorante reactivo black-5 (RB-5), donde utilizo TiO_2 impregnado con zeolita (ZSM-5), encontró un 98 % de degradación en 50mg L⁻¹ de solución del RB-5 en 90 min, así mismo encontramos la degradación por fenton y fotofenton con zeolita Fe/ZSM-5 como catalizador donde decoloraron al orange II, en condiciones menos acidas, el resultado fue significativo en presencia de la radiación de UV/Vis eliminando un 90 % de carbono orgánico total (TOC) [23]. Por otro lado existen resultados donde indican que la zeolita natural tienen una capacidad de adsorción limitada para los tintes reactivos, así Alver et al. [24] emplean zeolitas modificadas con para poder mejorar la capacidad de adsorber tintes aniónicos como Reactivo rojo 239 (RR-239) y Reactivo azul (RB-250).

En los procesos de tinción los colorantes presentan una fijación pobre en telas e hilos y el remanente que se desecha contiene concentraciones mayores a 1,5mgL⁻¹. Los colorantes, aún a bajas concentraciones son altamente visibles y, dependiendo del proceso usado y de la normatividad vigente, es posible requerir de una reducción hasta del 98% de la concentración del colorante presente en el efluente industrial. Por esta razón, existe una fuerte demanda de tecnologías que permitan eliminar el color en estos efluentes y así hacer posible reciclar el importante volumen de agua que se consume durante el proceso. [25]

2.1.2. Investigaciones nacionales.

Ensuncho y colaboradores basaron sus estudios en la remoción del colorante anaranjado y amarillo con diferentes tipos de carbón. Se caracterizo 3 tipos de carbones mediante FTIR, DRX y microscopía electrónica de barrido, obteniendo resultados similares de materiales carbonosos. El área superficial del carbón activo, se determinó mediante isothermas de nitrógeno. El carbón de tusa de maíz mostró mayor porcentaje remoción de colorante con respecto a los carbones cáscara de coco y cascarilla de arroz. El modelo de isoterma de Langmuir y el modelo cinético de pseudo segundo orden detalla el proceso de adsorción del colorante amarillo y anaranjado con los carbones activados. [26]

Segura y col. estudiaron la calidad de agua para consumo humano en Celendín, resultando que el agua contenía alta concentración de cloro libre residual y azul de metilo. La caracterización del carbón activado mostró alta área superficial poseyendo una alta eficiencia en la remoción de colorante como el azul de metileno y cloro libre. Indican que una pequeña cantidad de carbón activado puede purificar una considerable cantidad de agua potable. [27]

2.2. Bases teóricas

Este proyecto trata a cerca de la remoción de colorantes textiles, de los pigmentos que se utilizan para poder darle el color a esas telas. Los colorantes, son sustancias que pueden tener un origen natural o artificial.

2.2.1. Zeolita

Las zeolitas son materiales cristalinos microporosos de diámetro de poro estrechas de 2 nm, IUPAC, 1985 [28] constituidos principalmente de átomos de Si y Al, cada uno de los cuales está unido de forma tetraédrica a los átomos de O. Es importante conocer la selectividad de forma y el tamaño de las zeolitas, ya que depende de eso el uso que se le dará, tales como adsorción, intercambio iónico y catálisis. Según la clasificación de los poros es por el número de átomos T en los anillos que rodean a los poros. Se considera zeolita de poro pequeño a 8 átomos T, mediano a 10 átomos T y grande a 12 átomos T [29].

Una de las aplicaciones de la zeolita es que se usa como intercambiador iónico; la zeolitas de Tipo A o Linde Tipo A se usa en un 67% en el mundo como componente de los detergentes; fija los iones de Mg y Ca que contiene el agua de lavado para no impedir la acción de los surfactantes [30]. La mayoría de la venta de los detergentes en México, alrededor del país no prohíben la distribución de detergentes que contienen polifosfatos. Para mejorar los resultados se necesita el uso de la zeolita LTA, puesto que tiene un gran potencial de intercambio para los iones duros [31].

La red cristalina de la zeolita LTA, está constituido por ocho tetraedros y un octaedro truncado que contiene 24 tetraedros (12 de tetraóxido de aluminio y 12 de tetraóxido de silicio) y contiene 27 moléculas de H₂O cuando está completamente hidratada. La zeolita A se sintetiza en la forma sódica y el contenido de su celda unitaria es: Na₁₂[Al₁₂Si₁₂O₄₈].W H₂O; W es un número entero [32].

Algunas de las propiedades más importantes de las zeolitas naturales son:

a) Porosidad

Las zeolitas presentan una superficie interna y externa, en una proporción de 10 a 0.1 respectivamente; debido al tipo de estructura microporosa de dimensiones moleculares de 3 a 13 nm que son conformados por canales y cavidades regulares y uniformes. Según la IUPAC, se clasifica en tres tipos de poros; la primera a 50 nm llamada macroporos, la segunda si su diámetro está entre 2 y 50 nm se reconoce como mesoporos y el tercer tipo de poro son microporos que tienen un diámetro menor de 2 nm.

Cuando es corta la distancia entre dos superficies se suman los potenciales de adsorción de modo que en el interior se sitúa una molécula esta es atraída por la superficie incrementando la fuerza. La distancia de adsorción es una monocapa de una distancia determinada por la superficie, formándose por la adsorción de las moléculas cuando el ancho del poro sea grande, y a medida que incrementa la cantidad adsorbida el adsorbato se organiza en capas continuas conocido como llenado en multicapas [33].

b) Adsorción

La superficie de los sólidos de las zeolitas contiene átomos sin fuerza de cohesión, como sucede en los átomos localizados en el seno del sólido que es, encargado de las propiedades de adsorción de los sólidos. Cuando la energía del

sistema es cero, se debe a que no existe interacción entre una molécula aproximándose a la superficie (distancia muy grande entre ellas). La energía del sistema disminuye cuando la molécula se acerca debido a las fuerzas de cohesión de los átomos de la superficie empiezan a verse compensadas. Es decir, el potencial de adsorción ocasiona una fuerza atractiva que produce la aproximación de la molécula a la superficie. Las fuerzas de repulsión se vuelven importantes cuando existe una distancia entre la molécula (disminuye) y la superficie. La gran capacidad de adsorción de las zeolitas es debido a su enorme superficie interna. El desarrollo del potencial de adsorción se da cuando disminuye el tamaño del poro, provocado por el solapamiento de los potenciales de las paredes del poro. Para un óptimo confinamiento de la molécula adsorbida la interacción de las paredes del poro aumenta cuando disminuye el tamaño de poro [33].

c) Intercambio iónico (I.I)

Los silicatos cristalinos como arcillas, feldespatos y zeolitas tienen la capacidad de actuar como intercambio iónico, es el producto de la sustitución isomórfica de los átomos de silicio de su estructura cristalina por otros átomos. En las zeolitas este reemplazo se produce por átomos tetravalentes de aluminio ocasionando la compensación de carga de cationes fuera de ella para una carga neta negativa en la estructura. Los cationes son reemplazables, de ahí la propiedad intrínseca, por su estructura cristalina microporosa y determinan el curso del proceso.

Para determinar una buena selectividad en las zeolitas tenemos que tener en cuenta el comportamiento de intercambio iónica [33]:

- ❖ Naturaleza de los cationes en solución, temperatura, concentración de los cationes en solución
- ❖ Aniones asociados con los cationes en solución solvente
- ❖ Agua, solvente orgánico, estructura de la zeolita
- ❖ Topología de la red
- ❖ Densidad de la carga de red

2.2.2. Oxido de Grafeno

El óxido de grafeno (GO, por sus siglas en inglés), es un material bidimensional y primordial precursor para obtener compuestos a base de grafeno, cuando contiene grupos oxigenados se llama grafeno funcionalizado para proveer su interacción interfacial con otros compuestos (nanopartículas inorgánicas, polímero, entre otras) y el autoensamble de hojas para desarrollar compuestos macroscópicos basados en GO. Estos materiales híbridos aumentan su capacidad en sus propiedades fisicoquímicas en comparación con los componentes iniciales, siendo empleados para aplicaciones en celdas fotovoltaicas, catálisis, remediación de agua, material de refuerzo, biomedicina, entre otras [34].

➤ Síntesis

Generalmente se usa tres métodos para sintetizar oxido de grafeno basándose en el mismo principio, oxidación del grafito en diferentes niveles; son el método de Brodie, de Staudenmair y de Hummer. Para oxidar el grafito en los dos primeros métodos se realiza una reacción química usando dos reactivos: Clorato de Potasio (KClO_3) y Ácido Nítrico (HNO_3). El clorato se agrega varias veces durante la reacción en el segundo método. Sin embargo, el tercer método es el que se usa mayormente debido a que provoca una alta homogeneidad en la estructura y disminuye en el rango de variación en las propiedades, Hummer usa dos compuestos diferentes a las reacciones anteriores: Permanganato de Potasio (KMnO_4) y Ácido Sulfúrico concentrado (H_2SO_4), por eso, este método no origina CO_2 contaminante. [35]

➤ Propiedades

El óxido de grafeno es una lámina bidimensional que tiene carbonos y grupos funcionales como hidróxido y oxígeno en forma de panal de abeja,

en comparación con el grafeno es más liso, no tiene grupos funcionales ya que se presente eliminar todas las impurezas que existen, pero de igual manera que mantenga la forma de panal de abeja estando correctamente ordenados.

El óxido de grafeno presenta diferentes propiedades sobresalientes. Una de sus propiedades es la conductividad, necesitando de su estructura química y atómica. Generalmente las películas de óxido de grafeno contienen una resistencia en una hoja con un valor de $10^{12} \Omega/\text{sq}$ o mayor, esto quiere decir que este material conduce con muy poca facilidad, lo que es una propiedad pobre para conductores, sin embargo, para materiales dieléctricos es muy útil.

El óxido de grafeno también presenta propiedades ópticas únicas como la fotoluminiscencia, esto es la emisión de luz por una previa absorción de radiación. Esta propiedad puede ser útil en biosensado, en etiquetas fluorescentes y aplicaciones optoelectrónicas, como en sensores para detectar la luz que viaja en la fibra óptica o en pantallas de cristal líquido. Haciendo una “hoja de papel” de óxido de grafeno, su módulo de elasticidad promedio y la mayor resistencia a la fractura son de 32 GPa y 120 MPa respectivamente [35].

2.2.3. Industria Textil

La industria textil es uno de los sectores más industrializados del mundo. Los usos mayormente son en ropa, muebles para el hogar, entre otros usos industriales. Una industria diversa, como la industria agrícola elabora fibras naturales, la industria química elabora fibras artificiales, en conjunto con diversas industrias, para elaborar bolsas de aire, compuestos para techos, fibras ópticas y los filtros [36].

En este sector el agua juega un papel primordial especialmente en las industrias textiles. Los productos química y casi todos los tintes se aplican a los tejidos en forma de agua, usando una enorme cantidad de agua; debido a

que pasa por distintos procesos hasta llegar a su producto final, como por ejemplo el desengrasado, desencolado, molienda, blanqueo y mercerización. Este elemento básico vuelve al ecosistema sin ningún tratamiento contaminando la superficie del agua y el agua subterránea.

Las industrias textiles tanto a nivel micro y macro utilizan una gran cantidad de agua, a la vez se considera que es uno de los sectores que favorece a la economía del país a nivel mundial en términos de producción y empleo, pero no se está observando que estamos siendo afectados a gran escala con el pasar del tiempo. La mayoría de los residuos que se genera en la producción textil, el vertimiento de estos no está siendo tratados provocando gran contaminación del agua, así mismo también provocan otros problemas ambientales (contaminación del aire y contaminación acústica) [37].

La industria textil comienza con la recolección o producción de fibra cruda y termina con los productos finales. Los diversos aspectos de las industrias textiles están representados:

1. Telas

Las telas es un tejido, que se cosen en dirección vertical y horizontal, compuestos por diferentes fibras. Una fibra puede definirse como una hebra "flexible" con forma de cabello que es muy pequeña en diámetro en relación a su longitud. Son unidades esenciales usados en la elaboración de tejidos e hilos (fibras naturales y artificiales). Las fibras hechas por el hombre consisten en materiales celulósicos tanto sintéticos como regenerativos de las fibras petroquímicas y de madera [38].

2. Procesos de acabado

✓ Pretratamiento

Este proceso se realiza con la finalidad de eliminar materiales extraños en los tejidos para optimizar la uniformidad, teniendo en cuenta la forma de fibra, el tipo de fibra y la porción

del material, siendo usado en el mismo equipo para el teñido. Es una secuencia de operaciones que limpian y retiran las impurezas que pueden afectar en la impresión y teñido.

El proceso de pretratamiento varía según el tipo de material de fibra y de los requisitos del comprador. Una vez realizado este proceso importante se deriva para el proceso de teñido.

✓ Teñido

En esta etapa se da color al tejido de manera homogénea para lograr un óptimo rendimiento, siguiendo los pasos: (1) el tinte se difunde desde el licor al sustrato en el que el tinte se disuelve o dispersa previamente en el licor de tinte, (2) la acumulación se obtiene en la superficie del material, (3) alcanza la uniformidad cuando el tinte va hacia la superficie interior de la fibra, (4) el tinte debe estar anclado a lugares adecuados dentro del sustrato [39], son posibles los siguientes procesos de coloración:

- a) Teñido en rebaño o en stock: la fibra de las fibras se puede teñir antes de hilar.
- b) Teñido superior: las fibras se conforman para formar una mecha ligeramente torcida antes de teñirse.
- c) Teñido con remolque: es el teñido de material de monofilamento durante la fabricación de material sintético fibras.
- d) Teñido del hilo: el teñido del hilo es diferente de otros tintes porque los hilos teñidos se utilizan para confeccionar tejidos de punto o tejidos de rayas o en la fabricación de suéteres.
- e) Teñido en forma de paquete o Hank forma. l Pieza de teñido: la tela se teje o se teje con hilos grises (sin teñir), luego la tela se tiñe.

✓ Acabado

Se trata de tratamientos mecánicos / físicos y químicos que imparten efectos visuales.

- ✓ Manipulación mejorada, impermeabilidad al agua y no inflamabilidad. El acabado involucra a todos

Los tratamientos desde el textil hasta los productos de uso final.

- ✓ Lavado

El lavado se da con la finalidad de eliminar por completo las impurezas a una temperatura de 40–100 °C, con un detergente y humectante, en el proceso emulsiona, mientras que los aceites dispersan los tintes no disueltos.

- ✓ Ablandamiento

Este proceso se da mayormente para para tejidos delicados, comúnmente se usa el tetracloroetileno para el proceso de limpieza en seco. El agua y los reactivos se agregan como solvente.

- ✓ Secado

Eliminación total del agua de las fibras, hilos y tejidos, seguido de procesos húmedos. El secado por evaporación de agua es un paso que consume mucha energía.

2.2.3. Impacto de los Recursos Hídricos

Los residuos vertidos por el proceso textil se transmutan en cúmulos de agua en las operaciones de procesamiento en húmedo ya que el agua se utiliza como medio y disolvente para el proceso de disolución, agente de lavado y generación de vapor para calentar el baño de proceso. La cantidad de agua usada depende del tipo de tejido, la naturaleza del tinte, los agentes de acabado y el tipo de tela maquinaria de procesamiento utilizada. Para el procesamiento de 1 kg de material textil, 50–100L de se requiere agua en promedio, teniendo en cuenta que las fibras naturales consumen más agua que las fibras artificiales.[40]

Una variada calidad y cantidad de mezclas complejas de productos químicos, tanto orgánicos e inorgánicos, están presentes en estos tipos de efluentes. Demanda química de oxígeno (DQO), la demanda biológica de oxígeno (DBO), los sólidos suspendidos totales (SST), el pH, los valores de los

sólidos disueltos totales (SST) y el oxígeno disuelto bajo se encuentran comúnmente en el efluente descargado.

Diseño y desengrasado contribuye con el 50% de la DBO en aguas residuales. El proceso de teñido genera una gran cantidad de aguas residuales en la preparación del tinte, el baño de tinte gastado y el proceso de lavado son las fuentes de aguas residuales. El agua residual tiene una gran cantidad de sal, alcalinidad y una amplia gama de colores (residuos de resina, suavizantes y otros auxiliares) generando contaminantes orgánicos en el proceso de acabado. El agua descargada del proceso contiene almidones, dextrina, gomas, glucosa, ceras, pectina, alcohol, ácidos grasos, ácido acético, detergentes de jabón, hidróxido de sodio, sulfuros, sulfitos, cloruros, colorantes, carbonatos, pigmentos, carboximetilcelulosa, gelatina, siliconas, fluorocarbonos y resinas [39].

2.2.4. Remoción de colorantes textiles a nivel mundial

Las industrias textiles siguen siendo una de los sectores con mayor amplitud, a nivel mundial, especialmente esta avanzado en la India. La mayor problemática en la industria textil es el proceso de teñido debido al uso excesivo del agua. Es decir, se tiene la necesidad de eliminar las impurezas, los excesos de tintes impregnados en el tejido y diversos reactivos químicos, provocando la pérdida de casi el 10-50% de los tintes usados, todo ese residuo se desemboca en los efluentes contaminando el agua [42].

La contaminación del agua es una problemática mundial, cada vez se intensifica los riesgos y peligros hacia la humanidad, especialmente en países del tercer mundo, como India, Asia y África, están batallando para conseguir agua limpia para consumo humano. Esto provoca la obligación de desarrollar o crear nuevas tecnologías para erradicar o prevenir la contaminación por la industria textil.

Existen diversas técnicas para erradicar esta problemática pero no son lo suficientemente eficaces para tratar los tintes textiles, lo que ocasiona la mezcla con el agua del río o estanques de consumo humano. Esto provoca daños a gran

escala en la humanidad debido a la toxicidad de los reactivos químicos y tintes. Por lo tanto, se precisa de avances tecnológicos adecuados como el método de adsorción, separación con membrana, catálisis, ozonización y otras técnicas eficientes para la eliminación de esta problemática [43].

Una de las diversas técnicas más eficientes, es la adsorción dado a su eficacia y simplicidad. El carbón llamó mucho la atención de investigadores en la eficaz eliminación de materiales selectivos, como los tintes y en la erradicación de metales pesados (mercurio, cromo, plomo, entre otros), pero este material tiene sus limitaciones como la hidrofobicidad y su naturaleza inerte. Por ello, los últimos descubrimientos se están basando en el uso de la nanotecnología utilizando nanotubos de carbono, óxido de grafeno, grafeno, grafito, fullerenos y otros materiales carbonosos siendo una tecnología de adsorción por su propiedad de gran versatilidad [44].

La comercialización de nanoestructuras carbonizadas es limitada debido a su síntesis compleja y tediosa, también por su bajo rendimiento. Por lo tanto, uno de los materiales carbonosos que fácilmente se sintetizan son los nanotubos de carbonos y los óxidos de grafeno, esto ayuda a desarrollar nuevas técnicas de eliminación para los efluentes de la industria textil [45].

Los materiales carbonosos han demostrado su capacidad como removedor de colorantes del agua, mediante catálisis asistida por foto en un rango visible-UV, por foto-catálisis y adsorción basados en CNT. También se demuestra que el óxido de hierro es un estudio tentativo para la eliminación de colorantes, ya que varios estudios demuestran su eficacia [46].

La contaminación del agua es producida por diversas industrias como de alimentos, de procesos minerales, industria textil, de papel, de cuero y de plástico, dando un color despreciable y un daño en la salud población [47], vertiendo sustancias orgánicas, tintes, lejías y sales minerales a los recursos hídricos, no se puede degradar a corto plazo ni fácilmente estos productos químicos [48].

Por esa razón, es la urgencia de avanzar y desarrollar nuevas técnicas y métodos rápidos y eficaces minimizando el tiempo de eliminación. Diferentes adsorbentes son idóneos para tal propósito. El carbón activado es el adsorbente más popular y se ha utilizado con gran éxito [49]. Sin embargo, debido a su dificultad y costo de regeneración, las arcillas se están considerando como adsorbentes alternativos de bajo costo [50]. Un gran número de adsorbentes de bajo costo han sido tratados para la eliminación de colorantes. Por ejemplo, Asfour ha estudiado la absorción del tinte básico Astrazone blue FRR 69 en aserrín de madera dura (Haya) [51].

El uso de tierra de diatomeas para la adsorción de azul de metileno, Cibacron negro reactivo C-NN y el amarillo dorado reactivo MI-2RN ha sido reportado [52]. Dogan y Alkan han investigado la cinética de la adsorción de violeta de metilo sobre la perlita [53]. Liversidge et al. Se ha estudiado la eliminación de los tintes básicos azules 41 mediante la torta de linaza [54]. Annadurai et al. han estudiado la adsorción de varios tintes en desechos a base de celulosa [55]. Gupta et al. han estudiado la eliminación de Metomega Chrome Orange GL por ceniza volante [56, 57].

Las moléculas de tinte catiónico tienen una alta afinidad con las arcillas por su gran capacidad de absorción molar y sus agregados captan rápidamente en concentraciones altas y bajas por técnicas foto físicas y espectrometrías [58]. Borisover y col. descubrieron que algunos complejos orgánicos son efectivos para eliminar compuestos orgánicos no iónicos [59].

Uno de los mejores procesos químicos es la biosorción debido a que acumula y concentra los residuos de soluciones acuosas por medio de materiales biológicos, recuperando y eliminando los contaminantes. Varios trabajadores [60-62] han investigado la bioestructura de varios contaminantes orgánicos en las aguas residuales. Para el tratamiento de efluentes en la industria textil se usa el método de biosorción [63,64].

2.3. Bases filosóficas

El propósito de este trabajo es conocer el estado del compuesto basado en óxido de grafeno (GO)-zeolita-Cu aplicado como material adsorbente de colorantes textiles. En este trabajo, se espera desarrollar un sistema que sea capaz de adsorber los colorantes textiles en un amplio intervalo de concentraciones y con buena selectividad; debido que el óxido de grafeno puede ofrecer una buena alternativa, ya que estos materiales presentan grandes áreas superficiales, elevado poder de adsorción y estructuras porosas.

Se comparará nuestros resultados con diferentes tipos de colorantes textiles, tales como: Rodamina B, azul de metilo y verde brillante. Se caracterizará mediante el método BET, UV-Visible, Espectroscopia Raman, FT-IR, SEM y TGA para conocer el comportamiento de adsorción del compuesto Cu-Zeolita-GO frente a los colorantes textiles mencionados anteriormente.

El método propuesto para la adsorción del óxido de grafeno en Cu-Zeolita como un material adsorbente de colorantes desea ser más efectiva y adecuada que las alternativas existentes en la actualidad. Se espera que produzca una alternativa positiva en el área ambiental para evitar y prevenir la contaminación del agua y suelo en el mundo.

La adsorción de los colorantes contaminantes en el compuesto Cu-Zeolita-GO en comparación con otros materiales adsorbentes tienen una mayor selectividad y adsorbancia con los colorantes Rodamina B, azul de metilo y verde brillante debido a la presencia del óxido de grafeno que le confiere una gran área superficial, alta capacidad de adsorción y aumento de la velocidad del tiempo de contacto y del tipo de interacciones adsorbato-adsorbente que pueden ocurrir en estos sistemas.

El óxido de grafeno es uno de los adsorbentes bastante efectivo en la remoción de este tipo de contaminantes dado a su alto desarrollo de porosidad, el desarrollo de nuevos materiales adsorbentes de bajo costo, se ha enfocado principalmente en la producción de nuevos materiales carbonosos modificados.

La población y las organizaciones serán beneficiadas con los resultados obtenidos en el proyecto de investigación científica, por lo económico y accesible debido al bajo costo

de producción del material adsorbente al agregar el óxido de grafeno (material carbonoso) confiriendo un efecto sinérgico ante el material precursor. Así mismo, genera una solución óptima para prevenir y evitar las enfermedades de la población ocasionada por la contaminación del agua y suelo por los colorantes textiles.

Este proyecto de investigación “*Preparación de composito basados en óxido de grafeno (GO)-zeolita-Cu aplicado como material adsorbente en colorantes textiles*”, nos brindara una patente y una publicación científica en una revista indexada debido a un nuevo método de síntesis de obtención del composito GO-Zeolita-Cu, a su bajo costo de producción y a su accesibilidad del material adsorbente. La realización de la generación de derechos de propiedad intelectual se utilizará los procedimientos propuestos por INDECOPI.

Definición de términos básicos

Tomando como referencia el diccionario de química de la universidad de Oxford [40] se definen las siguientes palabras, es posible establecer diferencias entre los grupos de colorantes en función de la forma de aplicación del tinte o del soporte sobre el sustrato utilizado, de esta manera se presentan diferentes compuestos generadores de color como:

- ❖ Ácidos: Cuyo cromóforo hace parte de un ión negativo, utilizados para teñir fibras proteicas (lana y seda) o poliamidas y fibras sintéticas. Aplicados en las industrias de alimentos, imprenta, cuero, madera y nylon. Solubles en agua.
- ❖ Básicos: Los cuales poseen un cromóforo que forma parte de un ión positivo (generalmente una sal de amina o un grupo imino ionizado), utilizados para teñir fibras acrílicas, en la síntesis de nylon modificado, poliéster modificado y muchos medicamentos. Solubles en agua.
- ❖ Dispersos: Tintes insolubles que se aplican formando una dispersión muy fina en el agua. Se usan para teñir acetato de celulosa y otras fibras sintéticas (poliéster y fibras de acrílico)

- ❖ Directos: Presentan una gran afinidad por materiales de algodón, rayón y otras fibras de celulosa, generalmente son sales de ácidos sulfónicos. Solubles en agua.
- ❖ Reactivos: Presentan grupos de compuestos capaces de reaccionar con el sustrato formando enlaces covalentes, usados para teñir fibras de celulosa y algodón, en general.
- ❖ Baño: Sustancias insolubles usadas para teñir algodón. Suelen presentar grupos cetónicos (C=O). Este grupo de colorantes es oxidado por acción del aire y precipitado en forma de pigmento sobre las fibras; el índigo y la antraquinona son ejemplos de este grupo. Aplicaciones sobre algodón y fibras de celulosa.

Según los estudios por Robinson y Eren [41], los tratamientos más usados son para la remoción de colorantes textiles y pigmentos en el agua, como por ejemplo la ozonación, la electrocoagulación y la reacción de fenton. Estos desarrollos tecnológicos provocan grandes cantidades de lodos, pero se pueden eliminar por medio de ultrasonido. Otras tecnologías que se utilizan para la remoción de colorantes, es la filtración y la adsorción por medio de materiales carbonosos que suelen ser selectivos para eliminar un colorante en específico.

- ❖ La fotocatalisis: es una reacción fotoquímica que convierte la energía solar en energía química en la superficie de un catalizador o sustrato, consistente en un material semiconductor que acelera la velocidad de reacción. Durante el proceso tienen lugar reacciones tanto de oxidación como de reducción.
- ❖ Reacción de fenton: constituye una solución versátil para el tratamiento de efluentes industriales que contienen contaminantes orgánicos. Los radicales generados en la descomposición, son los encargados de degradar los contaminantes presentes en las aguas residuales.

- ❖ Electrocoagulación: es un método alternativo para la depuración de aguas residuales. Consiste en un proceso de desestabilización de los contaminantes del agua ya estén en suspensión, emulsionados o disueltos, mediante la acción de corriente eléctrica directa de bajo voltaje y por la acción de electrodos metálicos de sacrificio, normalmente aluminio/hierro.
- ❖ Grafeno: El grafeno puede conducir la electricidad y el calor. Por sus características, el grafeno puede resultar muy útil en diversos sectores industriales, ya que es conductor, tiene una gran resistencia y es ligero.
- ❖ Zeolita: son minerales aluminosilicatos microporosos. Destacan por su capacidad de hidratarse y deshidratarse de un modo reversible. Hasta octubre de 2012 se han identificado 206 tipos de zeolitas según su estructura, de los que más de 40 son naturales; los restantes son sintéticos. Las zeolitas naturales se encuentran, tanto en rocas sedimentarias como en volcánicas y metamórficas.
- ❖ Adsorción: es un concepto que se utiliza en el terreno de la física con referencia al proceso y el resultado de adsorber. Este verbo alude a la atracción y retención que realiza un cuerpo en su superficie de iones, átomos o moléculas que pertenecen a un cuerpo diferente.

2.4. Hipótesis de investigación

2.5.1. Hipótesis General

Los colorantes textiles generan aguas residuales y una carga química en su entorno provocando contaminación ambiental, siendo necesario preparar un material adsorbente para su eliminación.

2.5.2. Hipótesis Específica

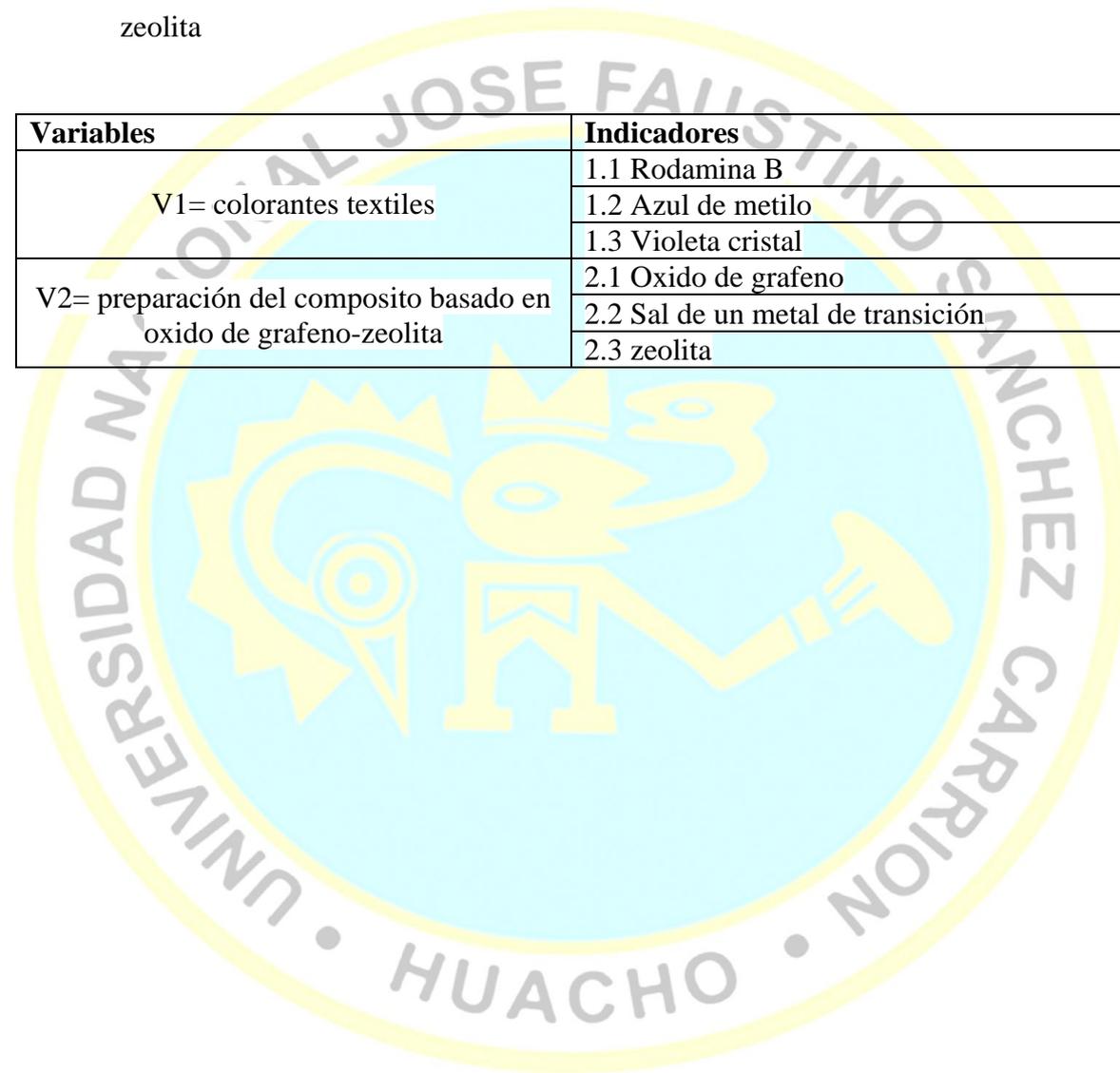
- ❖ El vertimiento del colorante Rodamina B provoca enfermedades en la población.
- ❖ El colorante azul de metilo es uno de los causantes están generando contaminación en su entorno.

- ❖ El derrame de altas concentraciones de colorantes textiles como violeta cristal en el agua es producido por industrias inconscientes y está ocasionando efectos nocivos a la salud de los habitantes y los peces.

2.5. Operacionalización de las variables

- ❖ **Variable independiente:** Colorantes textiles
- ❖ **Variable dependiente:** preparación del composito basado en oxido de grafeno-zeolita

Variables	Indicadores
V1= colorantes textiles	1.1 Rodamina B
	1.2 Azul de metilo
	1.3 Violeta cristal
V2= preparación del composito basado en oxido de grafeno-zeolita	2.1 Oxido de grafeno
	2.2 Sal de un metal de transición
	2.3 zeolita



CAPITULO III

METODOLOGIA

3.1 Metodología

La obtención del composito basado en óxido de grafeno (GO)-zeolita aplicados como materiales adsorbentes de colorantes textiles.

La síntesis de los materiales adsorbentes se preparará de la siguiente manera:

❖ **Preparación del composito de Cu-Zeolita:**

Primero se obtendrá el precursor de la zeolita de Cu, para eso se sumerge 1 g de zeolita en una solución de 100 ml de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (0,02 M) y la mezcla resultante se agita durante 24 h. Posteriormente, Cu-ZEA se lava cuidadosamente con una solución de H_2SO_4 diluida (0.01 M) para eliminar el material ocluido y la sal adherente a la superficie, y luego se lava con agua varias veces hasta obtener una solución libre de ion sulfato. Finalmente, Cu-ZEA se seca al aire libre.

❖ **Preparación del compuesto de Cu-Zeolita-GO:**

El compuesto de Cu-Zeolita / GO (método de dispersión de estado sólido (SSD)) se describe a continuación: se dispersará 0.125 g de GO y 0.125 g de Cu-Zeolita en 15 ml de etanol mediante un tratamiento ultrasónico por 3h. Posteriormente, la mezcla se agitará hasta la evaporación completa del disolvente. Finalmente, el precipitado que se obtiene se seca a 60 ° C.

Para la caracterización del composito Cu-Zeolita-GO se utilizarán las siguientes técnicas:

❖ **MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO (SEM):**

La espectroscopia electrónica de barrido nos permitirá observar la morfología del composito Cu-Zeolita-GO, así como también la formación de las nanopartículas de óxido de grafeno.

❖ **ESPECTROSCOPIA RAMAN:**

Esta técnica nos permitirá visualizar las bandas características de los materiales carbonosos (las bandas D, G, 2D y G'); la modificación de estos materiales carbonosos con óxido de grafeno, Zeolita y Cu-Zeolita-GO esto provocará el

desplazamiento de las bandas características y la presencia de nuevas bandas; así mismo la variación de las intensidades de las bandas de óxido de grafeno y del composito Cu-Zeolita-GO.

❖ **ESPECTROSCOPIA INFRARROJA:**

Esta técnica nos permitirá observar los modos vibracionales característicos de los materiales carbonosos de partida y modificados, complementando a los analizados por espectroscopia Raman.

❖ **ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO:**

Este análisis nos permitirá conocer la descomposición y la estabilidad térmica del composito Cu-Zeolita-GO, óxido de grafeno y Zeolita; cuando es sometida a una temperatura de 800°C en una atmósfera controlada.

❖ **MÉTODO BET:**

El método BET se puede determinar el área de superficie real de la muestra y también una distribución de tamaño de porosidad del material composito Cu-Zeolita-GO, óxido de grafeno y zeolita.

❖ **ESPECTROSCOPIA UV-Visible:**

Esta técnica espectroscópica determina la adsorción del colorante con el material adsorbente mediante curvas de calibración.

3.2 Diseño metodológico.

3.2.1 Tipo de investigación.

Tipo de investigación: Experimental Pura

3.3 Población y muestra

En este proyecto de investigación es experimentalmente pura, por ello no hay población ni muestra porque los análisis son a nivel de laboratorio.

3.4 Técnicas de recolección de datos

3.4.1 Descripción de las Técnicas

Técnicas usadas para la recolección de datos:

- ✓ **Observación:** Este proyecto de investigación se basa al estudio de la remoción de los colorantes textiles presentes en el agua, esta técnica no solo implica el sentido de la vista, sino que a través de todos los sentidos podemos percibir las propiedades organolépticas de los residuos provocados por el uso inadecuado de tratamiento de agua
- ✓ **Indagación:** es un estudio en el cual el investigador busca recaudar datos de información por medio de artículos científicos publicados a nivel nacional e internacional.
- ✓ **Técnica experimental:** Se manejan de forma experimental las variables independientes para relacionarlas con las dependientes.

3.4.2 Instrumentos

- ✓ Computadora (con conexión a internet).
- ✓ Memoria USB.
- ✓ Implementos de oficina.
- ✓ Artículos y revistas científicas

3.5 Técnicas para el procedimiento de la información

El motivo de la elección de las técnicas para el procesamiento de la información está relacionado con la rapidez con que se necesitan y la inversión en dinero que se requiera para obtenerlas. Se usó las siguientes técnicas:

- ✓ **Procesos Electrónicos:** En este tipo de proceso se empleó la computadora, impresora, memoria USB y demás equipos electrónicos.
- ✓ **Procesos experimentales:** en este tipo de proceso se empleó materiales y reactivos químicos para la preparación del material adsorbente

CAPITULO IV

RESULTADOS

4.1 Análisis de resultados

4.1.1 Reactivos y preparación

✓ Reactivos

Se utilizaron para la preparación del composito (GO-Ze) los siguientes reactivos óxido de grafeno, zeolita, sulfato de cobre y ácido sulfúrico de todos de la marca Sigma-Aldrich. Para las pruebas de adsorción se emplearon los siguientes colorantes rodamina B (RB), azul de metilo (AM), violeta cristal (VC) de marcas sigma.

✓ Preparación del composito (GO-Ze)

▪ Obtención del precursor Cu-Ze

En una solución de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (0,02 M) se agregó 1g de zeolita en agitación por 24h. Posteriormente se filtró y se lavó varias veces con una solución de H_2SO_4 (0.01 M) y abundante agua desionizada, hasta eliminar impurezas.

▪ Obtención de GO-Ze

La preparación de GO-Ze se hizo mediante el método de dispersión en sólido. En una solución de etanol se agregó 0.125 g de GO y 0.125 g de Cu-Ze, luego se sónico por 3h, la mezcla final se agitó hasta evaporación, y el precipitado obtenido se secó a 60 °C por 24h.

4.1.2 Preparación de las curvas de adsorción

Las propiedades y características de los colorantes son muy importantes para la comparación de las diferentes capacidades de adsorción del composito (GO-Ze). Por lo tanto se tomaron en cuenta los diferentes parámetros para la construcción de las curvas de adsorción.

Se trabajó con 10mg de adsorbentes (GO-Ze, Zeolita, GO) en 1,25 mL aproximadamente de solución de colorantes (RB, AM y VC) de concentraciones 5,10, 20, 40, 60, 80 y 100 ppm las cuales se agitaron por 14h., luego de la agitación se tomó una alícuota de 1 mL de la solución remanente a una fiola de 10 mL, esto se realizó para cada solución a las diferentes concentraciones de colorantes.

Finalmente se realizó las medidas en el equipo de UV/Vis, obteniendo como resultados las concentraciones finales de colorantes en el medio acuoso (C_f), como también la concentración inicial antes de la adsorción (C_o), luego se calculó el valor de Q de adsorción con lo que se obtuvo las isothermas correspondientes.

4.1.3 Caracterización de los materiales

La caracterización de los materiales obtenidos se llevó a cabo mediante varias técnicas. La estructura y la morfología se caracterizaron por la técnica BET y la identificación de los grupos funcionales se hicieron por Análisis de espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FT-IR) (Nicolet 380, Thermo Fisher Scientific, Waltham) y espectroscopia Raman (Horiba Scientific modelo Xplora luz 532). Para determinar la estabilidad y la descomposición del material se realizó Análisis Termogravimétrico (TGA). También para la construcción de las isothermas de adsorción se utilizó espectroscopia Ultravioleta visible (UV/Vis).

A) Espectroscopia Infrarroja (FTIR)

Se realizó esta técnica de un rango de $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$, nos muestra los modos vibracionales característicos de los materiales carbonosos de partida y modificados.

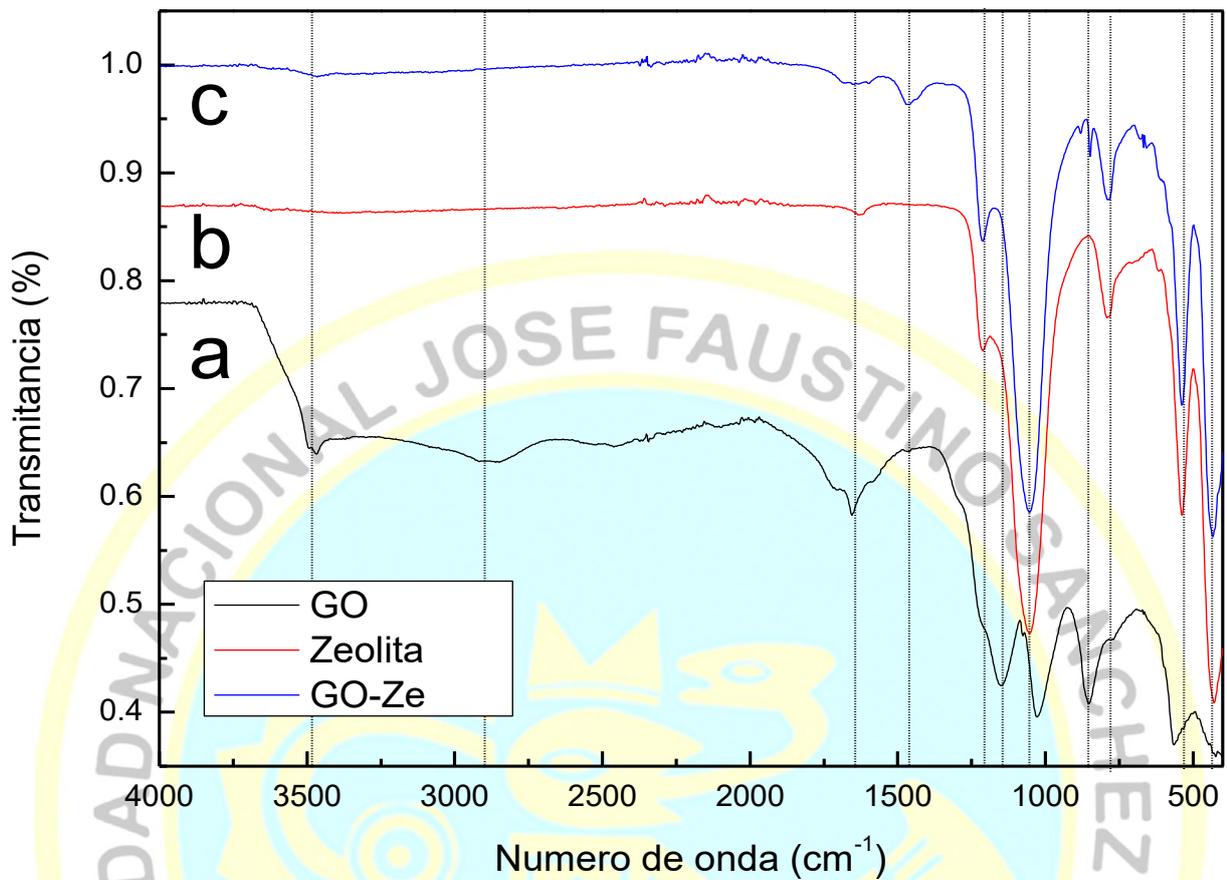


Grafico 1. Espectros infrarrojos de comparación de GO (a), zeolita (b) y GO-Ze (c)

B) Espectroscopia Raman

Se realizo esta técnica de un rango de 400 – 4000 cm^{-1} , nos muestra los modos vibracionales característicos de los materiales carbonosos de partida y modificados.

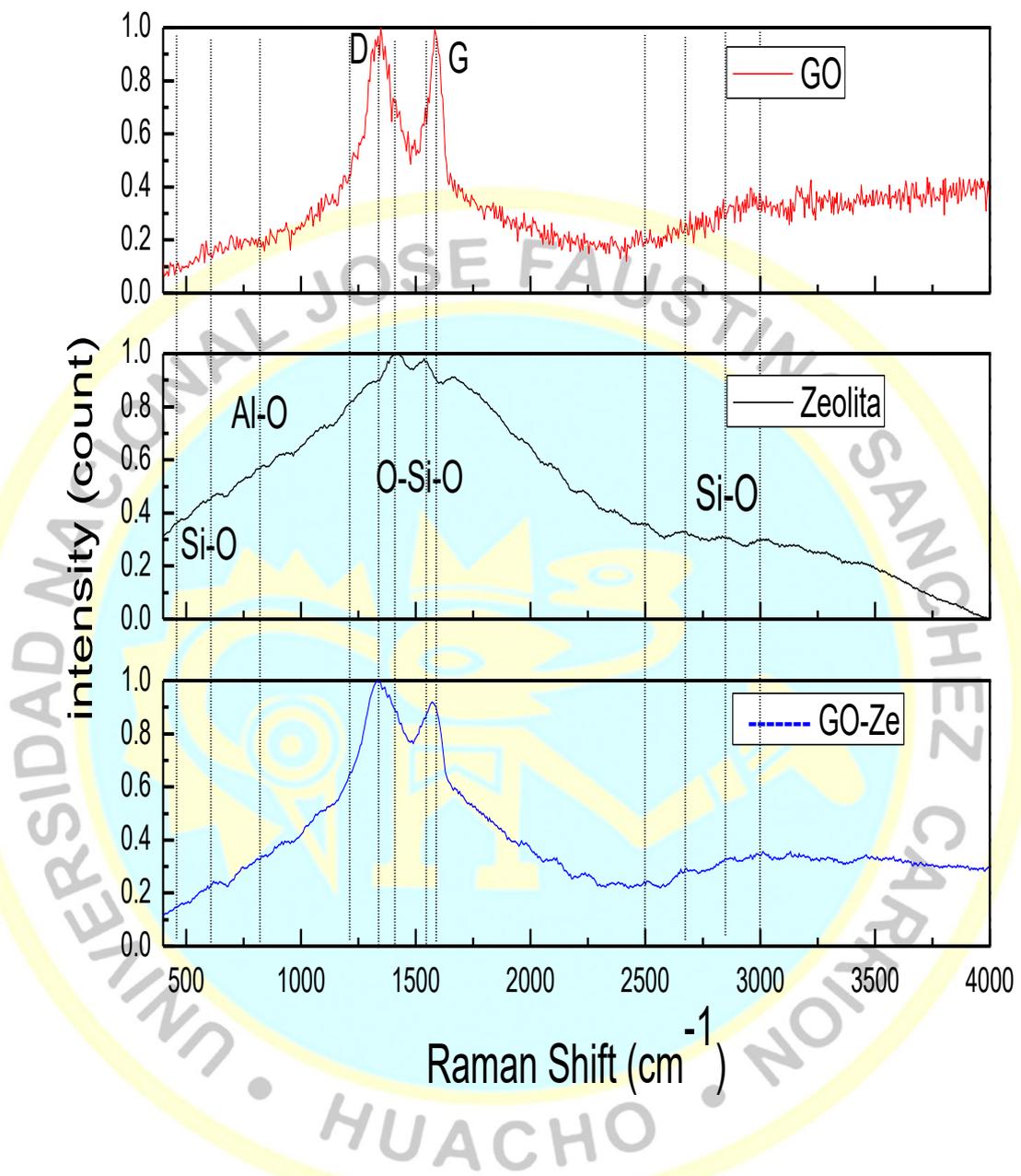


Grafico 2. Espectros Raman de comparación GO, zeolita y GO-Ze.

C) Análisis Termogravimétrico

El TGA nos muestra información sobre la pérdida de masa del material adsorbente, así como también sobre su estabilidad a elevadas temperaturas.

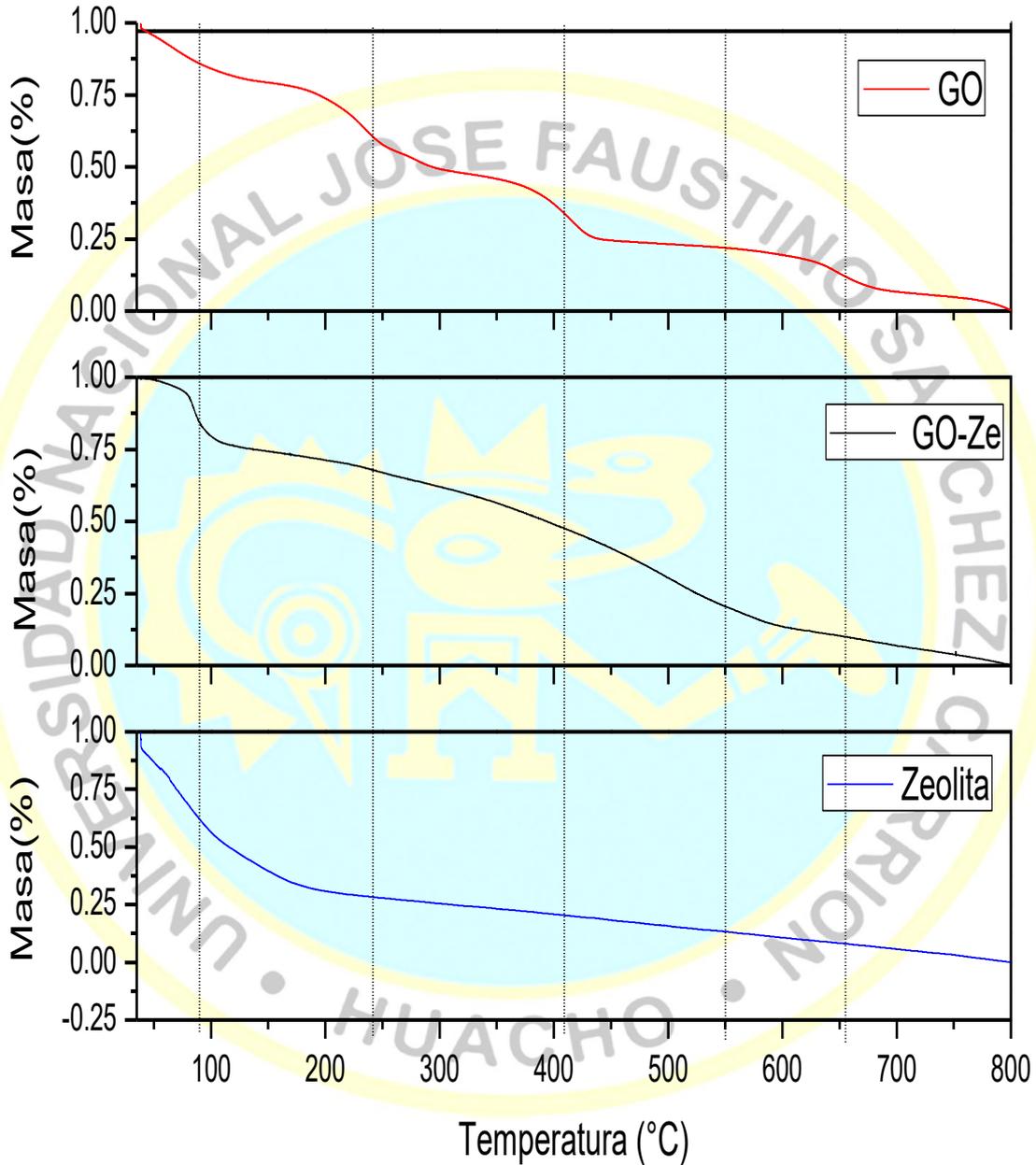


Grafico 3. TGA de comparación GO, zeolita y GO-Ze.

D) BET

Esta técnica nos indica el tamaño del poro en unidades de nm, el área superficial y Tabla N°1. Se muestran los resultados BET de comparación los distintos materiales utilizados en la adsorción.

	Tamaño de Poro nm	Área superficial m ² g ⁻¹	Volumen del poro cm ³ /g
GO	8.788	7.11	0.016
Zeolita	2.240	426.93	0.237
GO-Ze	2.812	33.58	0.023

E) ISOTERMAS DE ADSORCION

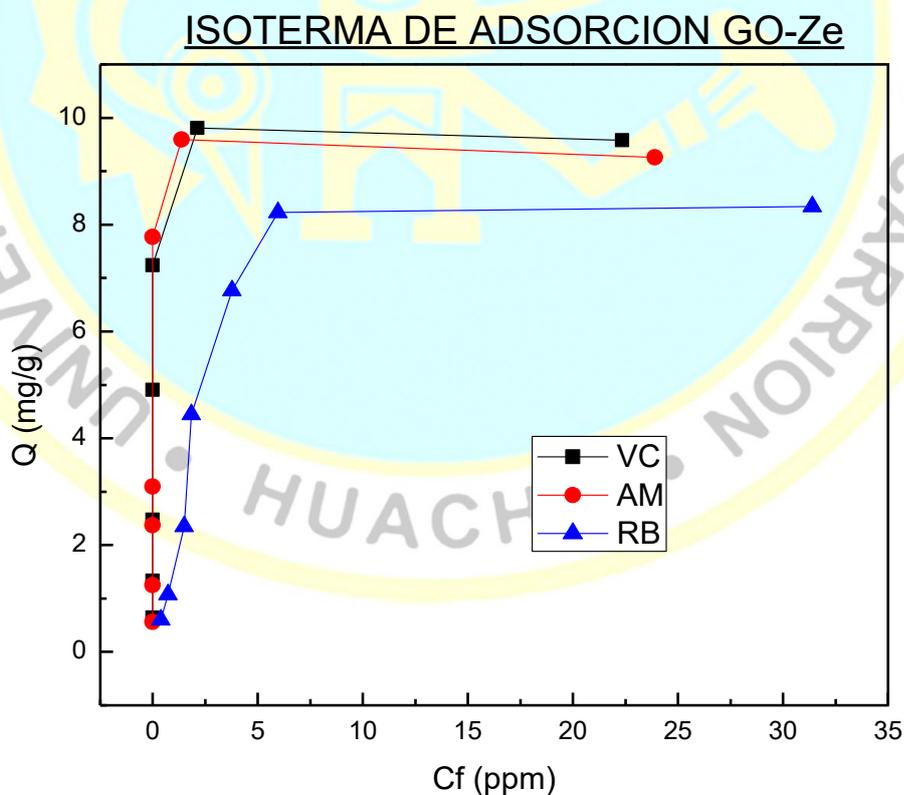


Grafico 4. Isoterma de adsorción para el GO-Ze, la concentración de colorantes (VC, AM y RB) fue 5, 10, 20, 40, 60, 80,100 ppm.

ISOTERMA DE ADSORCION Zeolita

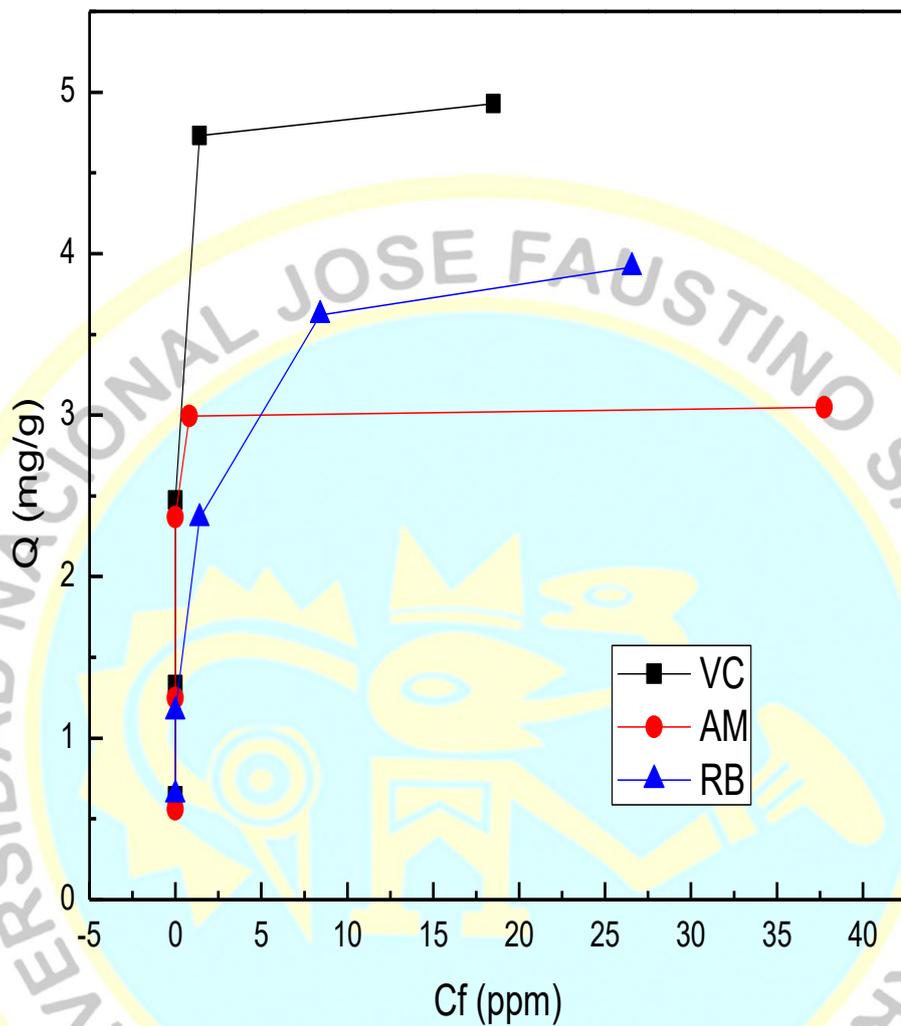


Grafico 5. Isoterma de adsorción para la Zeolita, la concentración de colorantes (VC, AM y RB) fue 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100 ppm

ISOTERMA DE ADSORCION GO

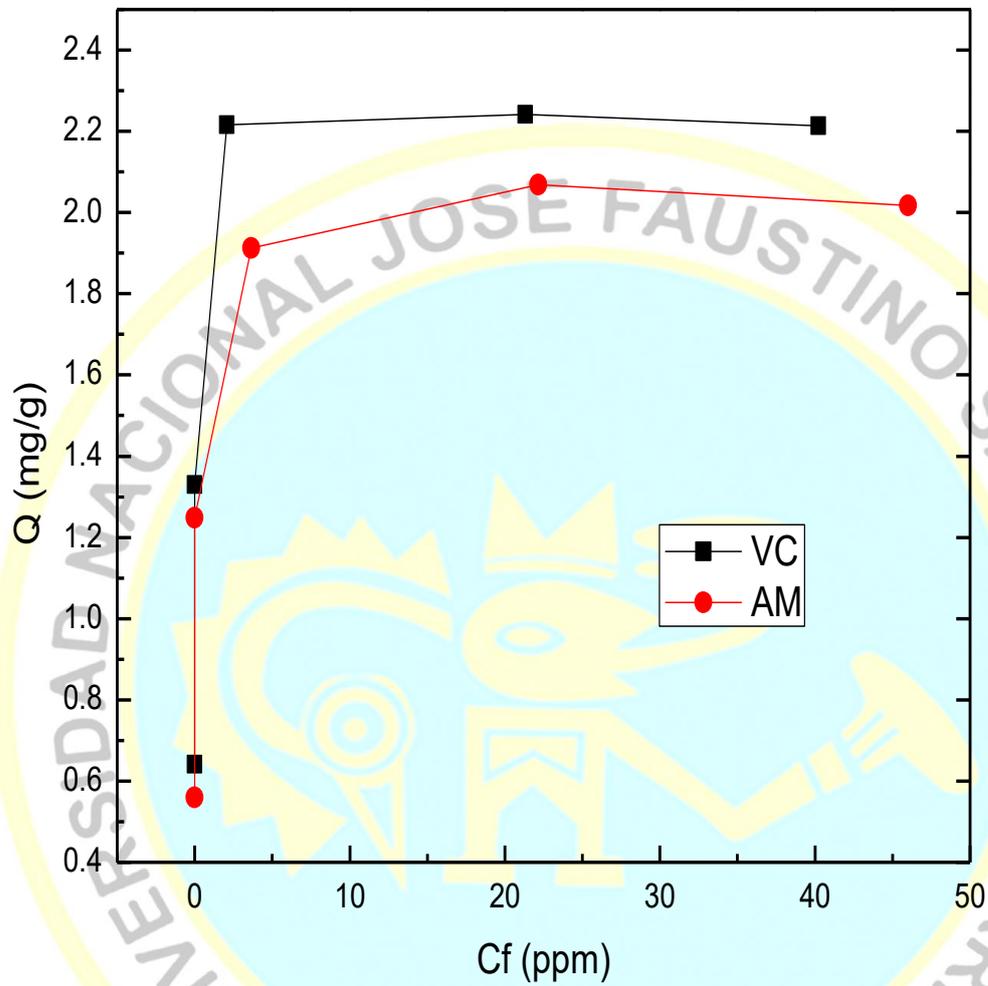


Grafico 6. Isoterma de adsorción para el GO, la concentración de colorantes (VC y AM) fue 5, 10, 20, 40, 60, 80,100 ppm.

ISOTERMA DE ADSORCION DEL VC

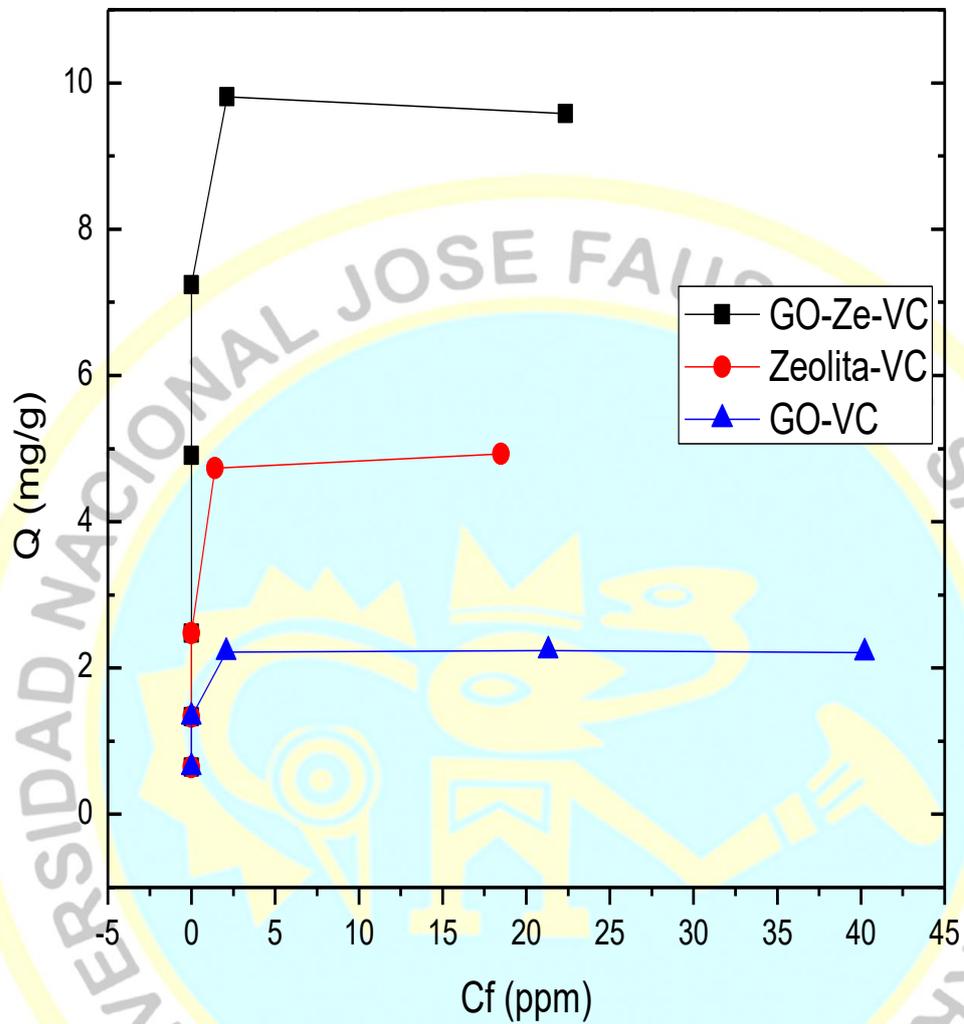


Grafico 7. Isoterma de adsorción para la comparación de los distintos materiales adsorbentes (GO-Ze, Zeolita y GO) la concentración de colorante (VC) fue 5, 10, 20, 40, 60, 80,100 ppm

F) SEM

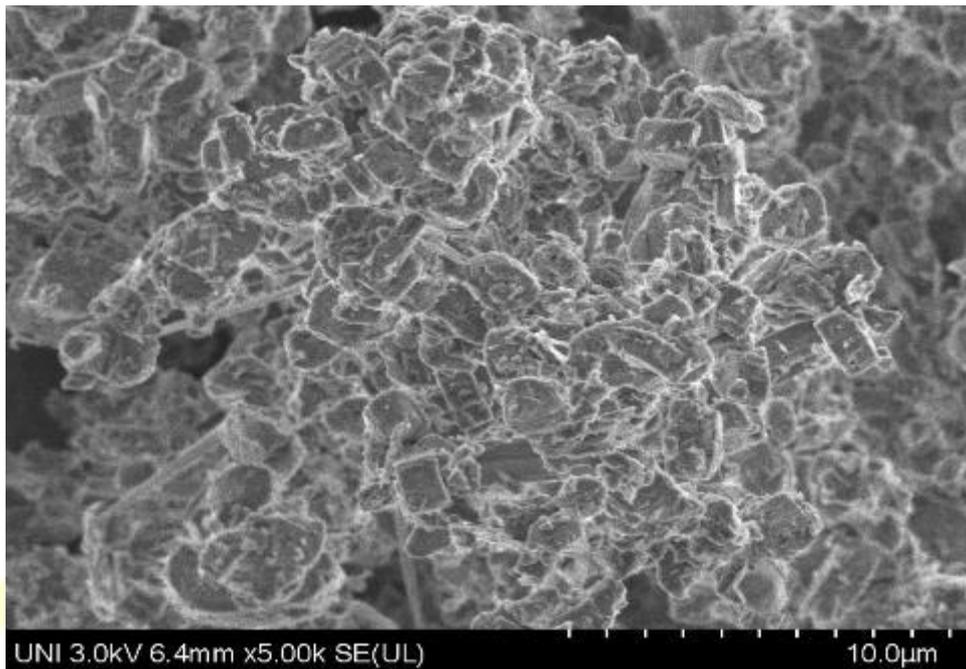


Gráfico 8. Microscopia electrónica de barrido del compuesto GO-Ze-CV de 10.0 μm

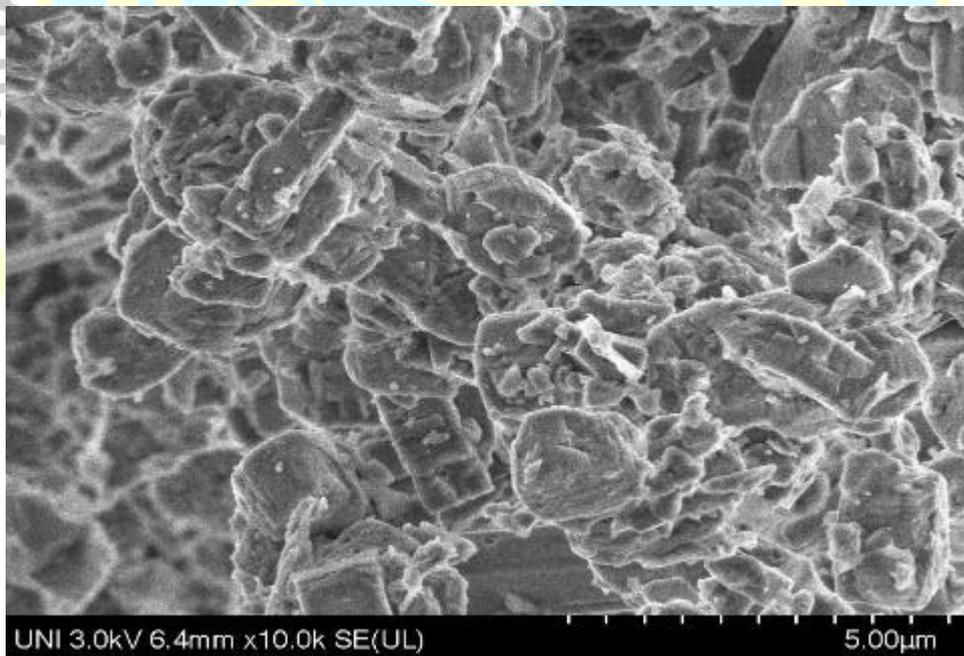


Gráfico 9. Microscopia electrónica de barrido del compuesto GO-Ze-CV de 5.0 μm

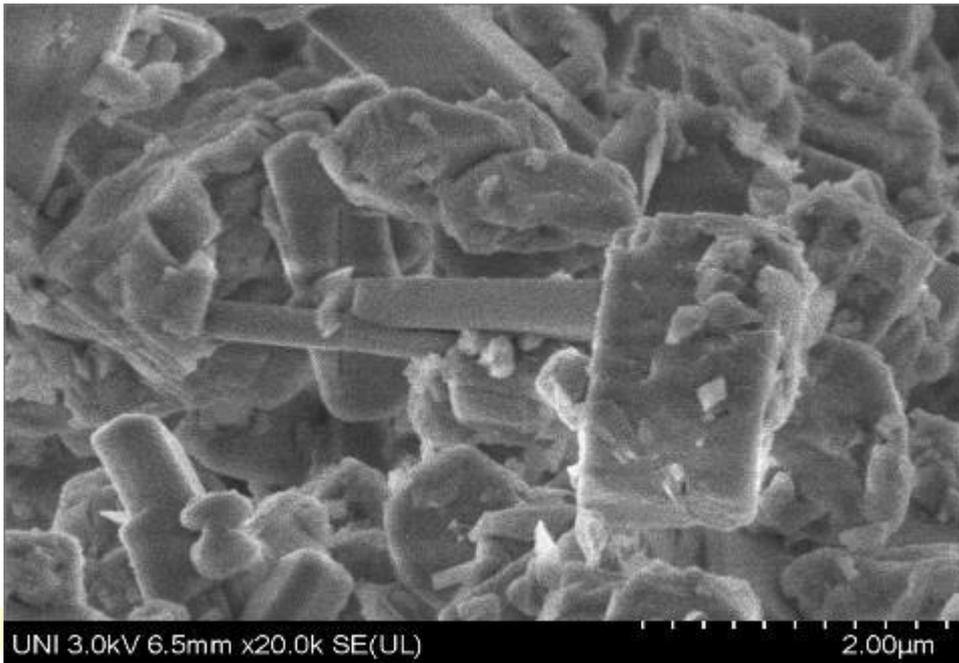


Gráfico 10. Microscopia electrónica de barrido del compuesto GO-Ze-CV de 2.0 μm

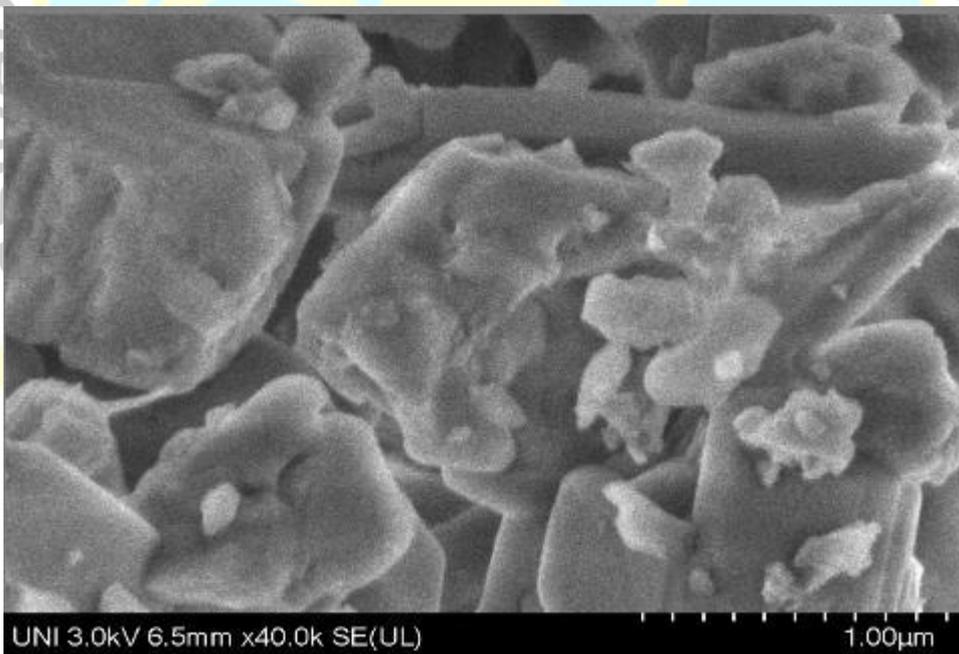


Gráfico 11. Microscopia electrónica de barrido del compuesto GO-Ze-CV de 1.0 μm

4.2 Contrastación de hipótesis

En este proyecto se espera obtener un material carbonoso adsorbente de los colorantes textiles en un amplio rango de diferentes concentraciones, teniendo una buena selectividad antes los colorantes que se usaron, debido a que el óxido de grafeno tiene muchas propiedades beneficiosas en todas las áreas, siendo en este caso una buena alternativa.

Se analizaron los resultados con diferentes tipos de colorantes textiles, tales como: Rodamina B, azul de metilo y verde brillante. Se caracterizará mediante el método BET, UV-Visible, Espectroscopia Rama, FT-IR, SEM y TGA para conocer el comportamiento de adsorción del composito Cu-Zeolita-GO frente a los colorantes textiles mencionados anteriormente.

El método propuesto para la adsorción del óxido de grafeno en Cu-Zeolita como un material adsorbente de colorantes desea ser más efectiva y adecuada que las alternativas existentes en la actualidad. Se espera que produzca una alternativa positiva en el área ambiental para evitar y prevenir la contaminación del agua y suelo en el mundo.

La adsorción de los colorantes contaminantes en el composito Cu-Zeolita-GO en comparación con otros materiales adsorbentes tienen una mayor selectividad y adsorbancia con los colorantes Rodamina B, azul de metilo y verde brillante debido a la presencia del óxido de grafeno que le confiere una gran área superficial, alta capacidad de adsorción y aumento de la velocidad del tiempo de contacto y del tipo de interacciones adsorbato-adsorbente que pueden ocurrir en estos sistemas.

El óxido de grafeno es uno de los adsorbentes bastante efectivo en la remoción de este tipo de contaminantes dado a su alto desarrollo de porosidad, el desarrollo de nuevos materiales adsorbentes de bajo costo, se ha enfocado principalmente en la producción de nuevos materiales carbonosos modificados.

La población y las organizaciones serán beneficiadas con los resultados obtenidos en el proyecto de investigación científica, por lo económico y accesible

debido al bajo costo de producción del material adsorbente al agregar el óxido de grafeno (material carbonoso) confiriendo un efecto sinérgico ante el material precursor. Así mismo, genera una solución óptima para prevenir y evitar las enfermedades de la población ocasionada por la contaminación del agua y suelo por los colorantes textiles.

CAPITULO V

DISCUSIÓN

5.1. Discusión de resultados

5.1.2 Espectroscopia Infrarroja (FT-IR)

Se muestra en el gráfico N°1 el espectro IR de GO (a), los picos 3471 cm^{-1} se puede asignar a la vibración de estiramiento de OH evidenciando que el material no está seco en su totalidad; el pico a 2924 cm^{-1} puede asignarse a las funciones alcoholes, fenoles y grupos COOH que probablemente participaran en las interacciones para las formación de composito; también los picos a 1716 y 1655 cm^{-1} pertenecientes al C=O y C=C, respectivamente. [24]

De igual manera para espectro IR de Zeolita (b) observamos diferentes picos característicos respecto al de GO. Nombramos algunos de estos, las bandas que aparecen para la zeolita en la región de 1057 cm^{-1} se debe a los modos de vibración como los de estiramiento y flexión de Si-O o Al-O, también las bandas que se observan alrededor de 1215 cm^{-1} se asignan a los modos de vibración de estiramiento asimétrico y simétrico de tetraedros internos, y las bandas alrededor de 789 y 620 cm^{-1} perteneciente al grupo Al-O, 537 y 430 cm^{-1} están asociadas con los modos de Si-O-Si.[25]

Del mismo modo, para el espectro del composito (GO-Ze) (c), se observa un aumento en la intensidad y ligeros desplazamiento de los picos a 1055 , 784 , 611 , 539 y 434 cm^{-1} representando la presencia de grupos funcionales presentes en zeolita como también posibles interacciones entre la Zeolita y el GO. Además,

se detecta los picos característicos del óxido de grafeno desplazados a 1689 y 1601 cm^{-1} perteneciente a C=O y C=C, respectivamente. Es evidente que los espectros IR de del composito presenta picos característicos de zeolita y oxido de grafeno con mayor intensidad y desplazados, indicando que probablemente se esté dando una posible interacción en el nuevo material adsorbente (GO-Ze).

5.1.2 Espectroscopia Raman

Observamos los espectros Raman de la zeolita donde bandas cercanas a 800 y 1200 cm^{-1} puede ser descritos como modos simétricos y asimétricos de estiramiento (Si-O) y (Al-O), respectivamente. Las bandas intensas alrededor de 600 – 450 cm^{-1} son principalmente de O-Si-O mientras que las bandas de frecuencia más baja pueden asignarse a modos normales que se pueden describir en términos O-Si y modos de deformación Si-O-O. Las bandas generalmente se atribuyen a la vibración de estiramiento asimétrico del enlace Si-O alrededor de 2500 – 3000 cm^{-1} [25,26].

Sin embargo, hay cambios significativos y claros en la región espectral del composito (GO-Ze) entre 300 y 500 cm^{-1} la intensidad de los picos característicos de Si-O disminuye debido a la presencia del GO en la estructura de la zeolita. De hecho, no hay un cambio significativo en la banda menor y ancha que se centró cerca de 2500 – 3000 cm^{-1} tanto para el composito y la zeolita perteneciente al enlace Si – O.

También se muestra el espectro Raman típico de GO se caracteriza por una banda G en 1600 cm^{-1} , que corresponde a los dobles enlaces conjugados C=C, y una banda D a 1353 cm^{-1} , que corresponde a los grupos funcionales de oxígeno. La banda D es una evidencia de trastorno que puede surgir de ciertos defectos en el material, [18,19] y como también especies de carbonos amorfos [20]. Se observan una variación en la intensidad de las bandas D y G en el composito respectivamente. La relación de intensidad de banda, I_D / I_G , aumentan a 1.14 para el composito y 1.00 para GO. Esta diferencia indica la posible variación en la estructura del composito con una gran cantidad de defectos estructurales.

Sobre la base de esta información, se puede deducir que el producto preparado contiene más defectos que los informados. Otra evidencia no muy observable es en otras dos bandas a 2700 y 2900 cm^{-1} a las cuales se las conoce como la banda 2D [27], que es probablemente un indicador del número de capas de GO, en nuestro composito se observa que la banda se ensancha, probablemente atribuida al hecho que GO preparado contiene pocas capas con algunos defectos.

5.1.3. Análisis Termogravimétrico (TGA)

Podemos observar los termogramas de zeolita, composito y GO muestran una pérdida de masa significativa en el rango de 100 - 200 °C esto se puede atribuir a la pérdida de agua. Para el GO el termograma se observa varias etapas de descomposición debido a la presencia de grupos funcionales del material carbonoso esto evidencia que el material tenga poca estabilidad en comparación con el composito y la Zeolita. También se muestra la última etapa de descomposición a temperaturas mayores 700 °C la cual es debido a la pirolisis del esqueleto del material carbono.

Por otro lado, en el termograma de zeolita es notable el rango de pérdida de agua hasta 200 °C probablemente se deba a la interacción físicamente dentro de los poros del material. La pérdida de masa de la zeolita más de los 200 °C es insignificante puede atribuirse a la pérdida de agua de los complejos de hidratación que se formaron con iones intercambiables llevando a la expulsión de más moléculas de agua de las cavidades del material. La relación Si a Al tiene un efecto en la estabilidad térmica de las zeolitas y la estabilidad suele ser directamente proporcional a la relación Si: Al, esto se evidencia en el termograma que muestra la pérdida una pérdida insignificante de masa del material. [30]

En el composito mostramos que las propiedades de GO y la zeolita son participes en el material formado evidenciándose en las tres etapas de descomposición, lo muestra una posible interacción de los materiales iniciadores.

La notable disminución de la pérdida de masa del composito más allá de los 300 °C puede atribuirse a la destrucción de grupos hidroxilos presentes probablemente en la estructura del composito.

5.1.4. Metodo Brunauer, Emmett y Teller (BET)

En los resultados BET de los materiales se muestran en la Tabla N° 1. De acuerdo con los resultados, se puede evidenciar que probablemente la interacción entre la carga negativa de la zeolita y los grupos funcionales del GO son causantes de la disminución del área superficial del composito. También evidenciamos un aumento del tamaño de poro del composito obtenido respecto a la zeolita estos cambios probablemente se den debido a la interacción zeolita GO, las características del poro en el composito muestran una clasificación al tipo mesoporo [24].

Podemos resaltar que la disminución del área superficial del composito no perjudica en la adsorción de los colorantes como mostraremos en las isotermas, todo lo contrario las partículas de óxido de grafeno soportado en la zeolita formando el composito probablemente ayuda a disminuir la repulsión entre los grupos funcionales con los colorantes textiles, indicando que la capacidad de adsorción es mayor en comparación con zeolita pura y GO esto es corroborado con los resultados de las isotermas de adsorción.

5.1.5. Isotermas de adsorción

El proceso de adsorción de Colorantes (VC, AM y RB) en medio acuoso, implica la separación del soluto (adsorbato) de la disolución y su concentración en la superficie de un sólido (adsorbente), hasta que se establezca un equilibrio dinámico en dicha superficie, esto se da entre la concentración de soluto que permanece en disolución y la concentración superficial del soluto. La manera usual de describir esta distribución es expresar la cantidad de sustancia adsorbida por unidad en masa de adsorbente (Q) como una función de la concentración residual de equilibrio de la sustancia que permanece en la fase líquida (Cf).

La ecuación de este tipo se denomina isoterma de adsorción. Las isotermas experimentales son útiles para describir la capacidad de adsorción y así, facilitar la evaluación de la viabilidad del proceso para una determinada aplicación, como también, para determinar condiciones de trabajo óptimas.

$$Q = \left(\frac{C_f - C_0}{mg(adsorbente)} \right) * V = \frac{ug(colorante)}{g(adsorbente)} \dots\dots(1)$$

Donde:

Q: el q de retención

Co: concentración inicial del colorante (ppm)

Cf: concentración final del colorante (ppm)

m: cantidad de material adsorbente (mg)

V: volumen empleado de las soluciones (mL)

Se muestra en el gráfico N° 4 que el compuesto (GO-Ze) preparado tiene interacciones con los distintos colorantes (VC, AM y RB) evidenciando una adsorción máxima (Q) de aproximadamente de 10 ug de colorantes tipos VC y AM por 10 mg de compuesto, pero esta relación es menor para el colorante tipo RB el cual muestra 8ug en una misma cantidad de compuesto mencionado. Se puede evidenciar que el material obtenido tiene una afinidad mayor para los colorantes tipo VC y MA.

También, en las isotermas de adsorción de Zeolita y GO que se muestran en las gráficas N° 5 y 6 respectivamente, se evidencia que la afinidad mayor es por el colorante tipo VC, pero la adsorción que se observa son valores menores, 5ug y 2ug por 10mg de adsorbente respectivamente, en comparación a la del compuesto obtenido.

En las isotermas de comparación de los tres materiales (GO, zeolita y GO-Ze) gráfico N°7 frente a la adsorción de colorante tipo VC se evidencia una mejora en la adsorción del compuesto respecto a los otros materiales probablemente a la mejora de las interacciones obtenidas en el material final.

5.1.6. Microscopia electrónica de barrido

La técnica de microscopia de electrónica de barrido nos muestra el tamaño y la forma de partícula que hemos obtenido en la síntesis del material adsorbente a base de óxido de grafeno y zeolita. En el grafico N° 8, 9, 10 y 11; observamos de diferentes tamaños la partícula 10, 5, 2 y 1 um, respectivamente. Podemos observar que no tiene una forma definida que este aglomerado.



CAPITULO VI

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1 Conclusiones y recomendaciones

El propósito de esta investigación es sintetizar un compuesto basado en GO y zeolita para la adsorción de colorantes textiles. Con base en el análisis anterior y resultados de las isothermas de adsorción, se puede concluir que se obtuvo una mejora en la adsorción de colorante tipo VC en medio acuoso obteniendo un valor de 10ug por mg de compuesto obtenido. Las caracterizaciones de los adsorbentes evidencian una mejora en la estructura del compuesto haciéndolo más afín a colorantes tipo VC respecto a los materiales base (GO y zeolita).

Finalmente, se puede concluir según los análisis y resultados mostrados que se pudo obtener una mejora en las propiedades del compuesto final como material adsorbente, esto nos evidencia una posible alternativa frente a la captación de colorantes tipo VC. El trabajo realizado nos muestra evidencias futuras en poder absorber colorantes textiles de efluentes reales.

REFERENCIAS

Fuentes bibliográficas

- [1]. Han, F., Subba, V., Srinivasan, M., Rajarathnam, D. and Naidu, R., Tailored titanium dioxide photocatalysts for the degradation of organic dyes in wastewater treatment: A review. *Applied Catalysis A: General*, 359 (1-2), pp. 25-40, 2009. DOI: 10.1016/j.apcata.2009.02.043
- [2]. Universidad de Oxford - Complutense., *Diccionario de Química*, 1er ed., Madrid, Complutense, 160 P., Impreso, 1999.
- [3]. Robinson, T., McMullan, G., Marchant, R. and Nigam, P., Remediation of dyes in textile effluent: A critical review on current treatment technologies with a proposed alternative. *Bioresource Technology*, 77 (3), pp. 247-255, 2001. DOI: 10.1016/S0960-8524(00)00080-8
- [4]. Eren, Z., Ultrasound as a basic and auxiliary process for dye remediation: A review. *Journal of Environmental Management*, 104 (1), pp. 127-14, 2012. DOI: 10.1016/j.jenvman.2012.03.028
- [5]. Cai, J., Cui, L., Wang, Y. and Liu, C., Effect of functional groups on sludge for biosorption of reactive dyes. *Journal of Environmental Sciences*, 21 (4), pp. 534-53, 2009. DOI: 10.1016/S1001-0742(08)62304-9
- [6]. Momenzadeh, H., Tehrani-Bagha, A.R., Khosravi, A., Gharanjig, K. and Holmberg, K., Reactive dye removal from wastewater using a chitosan nanodispersion. *Desalination*, 271 (1-3), pp. 225-230, 2011. DOI: 10.1016/j.desal.2010.12.036
- [7]. Wang, L. and Yan, G., Adsorptive removal of direct yellow 161-dye from aqueous solution using bamboo charcoals activated with different chemicals. *Desalination*, 274 (1-3), pp. 81-90, 2011. DOI: 10.1016/j.desal.2011.01.082
- [8]. Janoš P., Coskun S., Pilařová V. and Rejnek J., Removal of basic (Methylene Blue) and acid (Egacid Orange) dyes from waters by sorption on chemically treated wood shavings. *Bioresource Technology*, 100 (3), pp. 1450-1453, 2009. DOI: 10.1016/j.biortech.2008.06.069

- [9]. Sun, X., Wang, S., Cheng, W., Fan, M., Tian, B., Gao, B. and Li, X., Enhancement of acidic dye biosorption capacity on poly (ethylenimine) grafted anaerobic granular sludge. *Journal of Hazardous Materials*, 189 (1-2), pp. 27-33, 2011. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2011.01.028
- [10]. Al-Degs, Y.S., El-Barghouthi, M.I., El-Sheikh, A.H. and Walker, G.M., Effect of solution pH, ionic strength, and temperature on adsorption behavior of reactive dyes on activated carbon. *Dyes and Pigments*, 77 (1), pp. 16-23, 2008. DOI: 10.1016/j.dyepig.2007.03.001
- [11]. El-Ashtoukhy, S.Z., *Loofa egyptiaca* as a novel adsorbent for removal of direct blue dye from aqueous solution. *Journal of Environmental Management*, 90 (8), pp. 2755-2761, 2009. DOI: 10.1016/j.jenvman.2009.03.005
- [12]. Luo, X., Zhan, Y., Huang, Y., Yang, L., Tu, X. and Luo, S., Removal of water-soluble acid dyes from water environment using a novel magnetic molecularly imprinted polymer. *Journal of Hazardous Materials*, 187 (1-3), pp. 274-282, 2011. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2011.01.009
- [13]. Hamzeh, Y., Ashori, A., Azadeh, E. and Abdulkhani, A., Removal of Acid Orange 7 and Remazol Black 5 reactive dyes from aqueous solutions using a novel biosorbent. *Materials Science and Engineering: C*, 32 (6), pp. 1394-1400, 2012. DOI: 10.1016/j.msec.2012.04.015
- [14]. Gerçel, Ö., Gerçel, H.F., Koparal, A.S. and Ögütveren, Ü.B., Removal of disperse dye from aqueous solution by novel adsorbent prepared from biomass plant material. *Journal of Hazardous Materials*, 160 (2-3), pp 668-674, 2008. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2008.03.039.
- [15]. Kariyajjanavar, P., Narayana, J. and Arthoba, Y., Degradation of textile dye C.I. Vat Black 27 by electrochemical method by using carbon electrodes. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, In Press, Corrected Proof, 2013.
- [16]. Sengil, I.A., Ozacar, M., The decolorization of C.I. Reactive Black 5 in aqueous solution by electrocoagulation using sacrificial iron electrodes. *Journal of Hazardous Materials*, 161 (2-3), pp. 1369-1376, 2009. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2008.04.100

- [17]. Zodi, S., Merzouk, B., Potier, O., Lapicque, F. and Leclerc, J., Direct red 81 dye removal by a continuous flow electrocoagulation / flotation reactor. *Separation and Purification Technology*, 108 (1), pp. 215-222, 2013. DOI: 10.1016/j.seppur.2013.01.052
- [18]. Arslan-Alaton, İ., Kabdaşlı, I., Vardar, B. and Tünay, O. Electrocoagulation of simulated reactive dyebath effluent with aluminum and stainless steel electrodes. *Journal of Hazardous Materials*, 164 (2-3), pp. 1586-1594, 2009. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2008.09.004
- [19]. Paschoal, F.M.M., Anderson, M.A. and Zanoni, M.V.B., The photoelectrocatalytic oxidative treatment of textile wastewater containing disperse dyes. *Desalination*, 249 (3), pp. 1350-1355, 2009. DOI: 10.1016/j.desal.2009.06.024
- [20]. Adolfo E. Ensuncho¹, Juana R. Robles; José G. Carriazo, Adsorción del colorante amarillo anaranjado en solución acuosa utilizando carbones activados obtenidos a partir de desechos agrícolas. *Rev. Soc. Quím. Perú vol.81 no.2 Lima abr./jun. 2015*
- [21]. Chafi, M., Gourich, B., Essadki, A.H., Vial, C. and Fabregat, A., Comparison of electrocoagulation using iron and aluminium electrodes with chemical coagulation for the removal of a highly soluble acid dye. *Desalination*, 281 (1), pp. 285-292, 2011. DOI: 10.1016/j.desal.2011.08.004
- [22]. Chacón, J.M., Leal, M.T., Sánchez, M. and Bandala, E.R., Solar photocatalytic degradation of Azo-dyes by photo-Fenton process. *Dyes and Pigments*, 69 (3), pp. 144-150, 2006. DOI: 10.1016/j.dyepig.2005.01.020
- [23]. Liu, R., Chiu, H., Shiau, C., Yeh, R. and Hung, Y., Degradation and sludge production of textile dyes by Fenton and photo-Fenton processes. *Dyes and Pigments*. 73 (1), pp. 1-6, 2007. DOI: 10.1016/j.dyepig.2005.10.002
- [24]. Tekbaş, M., Yatmaz, H.C. and Bektaş, N., Heterogeneous photo-Fenton oxidation of reactive Azo dye solutions using iron exchanged zeolite as a catalyst. *Microporous and Mesoporous Materials*, 115 (3), pp. 594-602, 2008. DOI: 10.1016/j.micromeso.2008.03.001

- [25]. Kandelbauer A. y Guebitz G.M., 2005. Bioremediation for the decolorization of textile dyes - a review. En *Environmental Chemistry* (Editores: Lichtfouse E, Dudd S, Robert D) Springer Berlin Heidelberg, 269-288.
- [26]. E., A., Robles, J. R., & Carriazo, J. G. (2015). Adsorción del colorante amarillo anaranjado en solución acuosa utilizando carbones activados obtenidos a partir de desechos agrícolas. *Revista de La Sociedad Química Del Perú*, 81(2), 135–147.
- [27]. Segura Abanto, H. G. (2017). Influencia del carbón activado obtenido de huarango (*Acacia macracantha*) en la remoción de cloro libre residual en agua potable, Celendín. Universidad Nacional de Cajamarca.
- [28]. Sing, K.S.W., Everett, D.H., "Presentación de datos de fisisorción en sistemas gas/sólido", *Pure Applied Chemical*, v. 85, n. 57, pp. 603-619, January 1985.
- [29]. Corona, O.L.; Hernández, M.A.; Hernandez, F.; Rojas, F.; Portillo, R.; Lara, V.H.; Carlos, F.M. (2009). "Adsorption properties in zeolites containing 8-membered rings. I. microporosity and external surface area ", *Matéria (Rio J.)* vol.14, n. 3, Rio de Janeiro.
- [30]. Chang, H.L., Shih, W.H., "Synthesis of zeolites A and X from fly ashes and their ion-exchange behavior with cobalt ions", *Industrial Engineering Chemistry Research*, v. 39, n. 11, pp. 4185-4191, August 2000.
- [31]. Hernandez, M. A., (2000). Determinación Experimental de la Textura en Sólidos Microporosos de Naturaleza Zeolítica, Thesis Ph. D., Universidad Autónoma Metropolitana, México.
- [32]. Chintansinh, D.CH., Jince, S., Raksh V.J.,(2005). "Pore-size engineering of zeolite A for the size/shape selective molecular separation", *Industrial Engineering Chemistry Research*, v. 44, n. 6, pp. 1780-1786.
- [33]. Curi, A., Granda, W. J. V, Lima, H. M., & Sousa, W. T. (2006). Las Zeolitas y su Aplicación en la Descontaminación de Efluentes Mineros. *Información Tecnológica*, 17(6), 111–118.

- [34]. Rebeca Ortega Amaya. (2018). Síntesis y reducción de óxido de grafeno y su aplicación en nanoestructuras» Avance y Perspectiva. Retrieved May 26, 2019, from Mexico.
- [35]. Brandon Salas Lozano. (2018). Óxido de Grafeno: Síntesis, Propiedades y Aplicaciones. Retrieved May 26, 2019, from Mexico website: <http://www.boletin.upiita.ipn.mx/index.php/ciencia/771-cyt-numero-67/1545-oxido-de-grafeno-sintesis-propiedades-y-aplicaciones>.
- [36]. Senthil Kumar, P., & Grace Pavithra, K. (2019). Water and Textiles. *Water in Textiles and Fashion*, 21–40. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102633-5.00002-6>
- [37]. Publications and Documents. (n.d.). Retrieved June 2, 2019, from <https://wedocs.unep.org/handle/20.500.11822/7419>
- [38]. Tejidos de algodón: Todos los tipos y usos para este tejido. (n.d.). Retrieved June 2, 2019, from <http://www.ribescasals.com/blog/los-tejidos-de-algodon/>
- [39]. Impactos de la agricultura en el recurso hídrico — gidahatari. (n.d.). Retrieved June 2, 2019, from <http://gidahatari.com/ih-es/impactos-agricultura-recurso-hidrico>
- [40]. universidad | Definición de universidad en español de Oxford Dictionaries. (n.d.). Retrieved June 2, 2019, from <https://es.oxforddictionaries.com/definicion/universidad>
- [41]. Dyna Edition 191 - June of 2015 by DYNA - issuu. (n.d.). Retrieved June 2, 2019, from <https://issuu.com/dynacolombia/docs/dyna191>
- [42]. Y. Al-Degs, M.A.M. Khraisheh, S.J. Allen, M.N. Ahmad, Effect of carbon surface chemistry on the removal of reactive dyes from textile effluent, *Water Res.* 34 (3) (2000) 927–935.
- [43]. D. Banerjee, A. Jha, K.K. Chattopadhyay, Stable dispersion of functionalized amorphous carbon nanotubes in different liquids, *J. Nanofluids* 1 (1) (2012) 28–35.

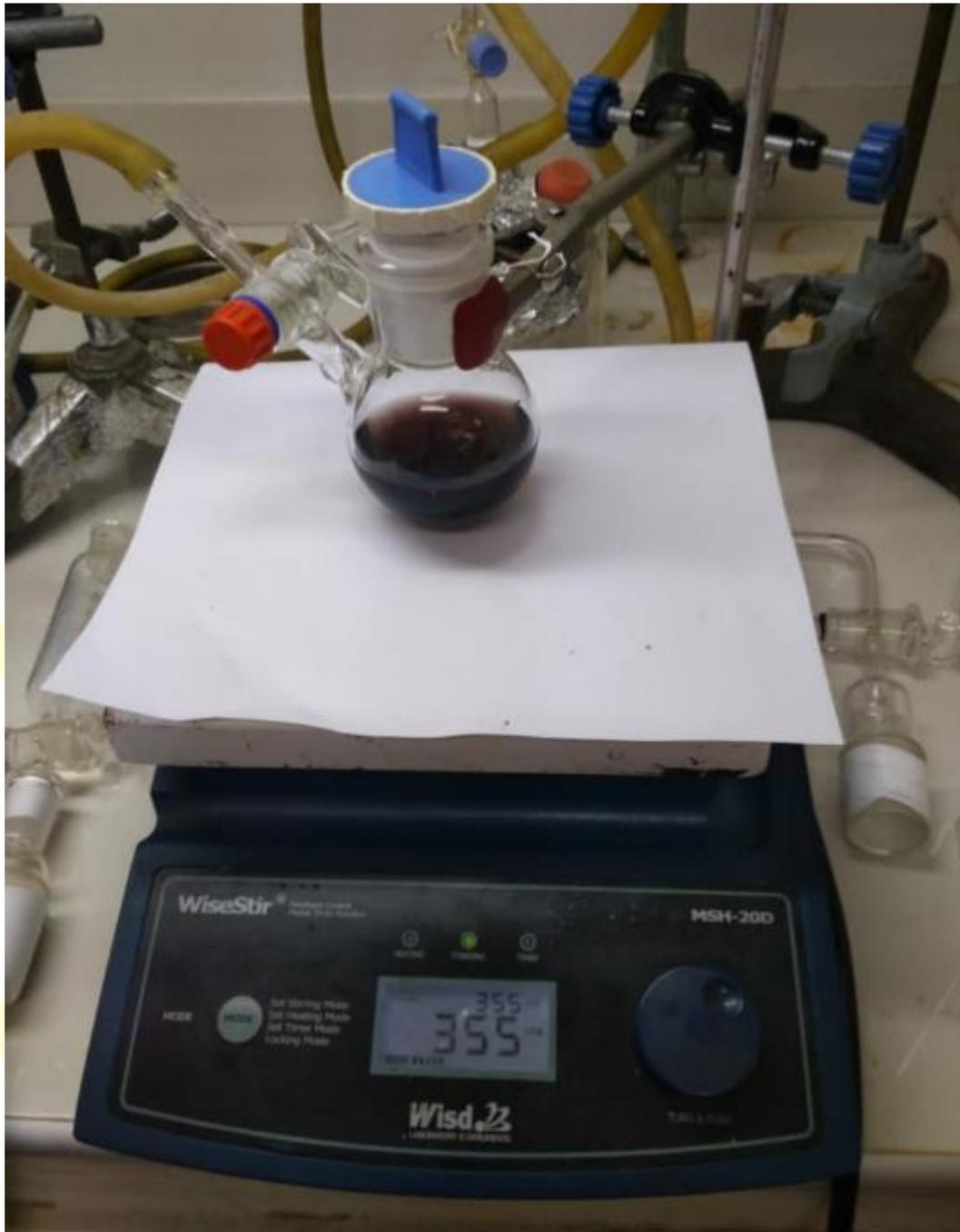
- [44]. D. Banerjee, K.K. Chattopadhyay, Enhanced field emission properties of PECVD synthesized chlorine doped diamond like carbon thin films, *Surf. Coating. Technol.* 253 (2014) 1–7.
- [45]. D. Banerjee, P. Bhowmick, D. Pahari, S. Santra, S. Sarkar, B. Das, K.K. Chattopadhyay, Pseudo first ordered adsorption of noxious textile dyes by lowtemperature synthesized amorphous carbon nanotubes, *Phys. E Low-dimens. Syst. Nanostruct.* 87 (2017) 68–76.
- [46]. Priya Saharan, Ganga Ram Chaudhary, S.K. Mehta, Ahmad Umar, Removal of water contaminants by iron oxide nanomaterials, *J. Nanosci. Nanotechnol.* 14 (1) (2014) 627–643.
- [47]. K.R. Ramakrishna, T. Viraraghavan, *Water Sci. Technol.* 36 (1997) 189.
- [48]. N. Kannan, M. Sundaram, *Dyes Pigments* 51 (2001) 25.
- [49]. R.S. Juang, F.C. Wu, R.L. Tseng, *Environ. Technol.* 18 (1997) 525.
- [50]. X. Yang, V. Al-duri, *Chem. Eng. J.* 83 (2001) 15.
- [51]. N.M. Mamdouh, M.S. El-Geundi, *J. Chem. Technol. Biotechnol.* 50 (1991) 257.
- [52]. H.M. Asfour, O. Fadali, M.M. Nassar, M.S. El-Geundi, *J. Chem. Technol. Biotechnol. A* 35 (1985) 21.
- [53]. M.A. Al-Ghouti, M.A.M. Kraisheh, S.J. Allen, M.N. Ahmad, *J. Environ. Manage.* 69 (2003) 229.
- [54]. M. Dogan, M. Alkan, *Chemosphere* 50 (2003) 517.
- [55]. R.M. Liversidge, G.J. Lloyd, D.A.J. Wase, C.F. Forster, *Process Biochem.* 32 (6) (1997) 473.
- [56]. G. Annadurai, R.S. Juang, D.J. Lee, *J. Hazard. Mater. B* 92 (2002) 263.

- [57]. G.S. Gupta, G. Prasad, V.H. Singh, J. Environ. Sci. Health A 23 (3) (1988) 205.
- [58]. L. Young, J. Yu, Water Res. 31 (1997) 1187.
- [59]. V. Vitagliano, O. Ortona, M. Parrilli, J. Phys. Chem. 82 (1978) 2819.
- [60]. M. Borisover, E. Graber, F. Bercovich, Z. Gerstl, Chemosphere 44 (2001) 1033.
- [61]. M. Tsezos, J.P. Bell, Water Res. 23 (1989) 561.
- [62]. Z. Aksu, J. Yener, Process Biochem. 33 (1998) 649.
- [63]. Z. Aksu, A. Calik, A.Y. Dursun, Z. Demircan, Process Biochem. 34 (1999) 483.
- [64]. W. Zhou, W. Zimmermann, FEMS Microbiol. Lett. 107 (1993) 157.
- [65]. Y. Fu, T. Viraraghavan, Bioresour. Technol. 79 (2001) 251.
- [66]. T. Dickson, Ind. Miner. 141 (1979) 33.
- [67]. Y. Al-Degs, M.A.M. Khraisheh, M.F. Tutunji, Water Res. 35 (15) (2001) 3724

ANEXOS







HUACHO



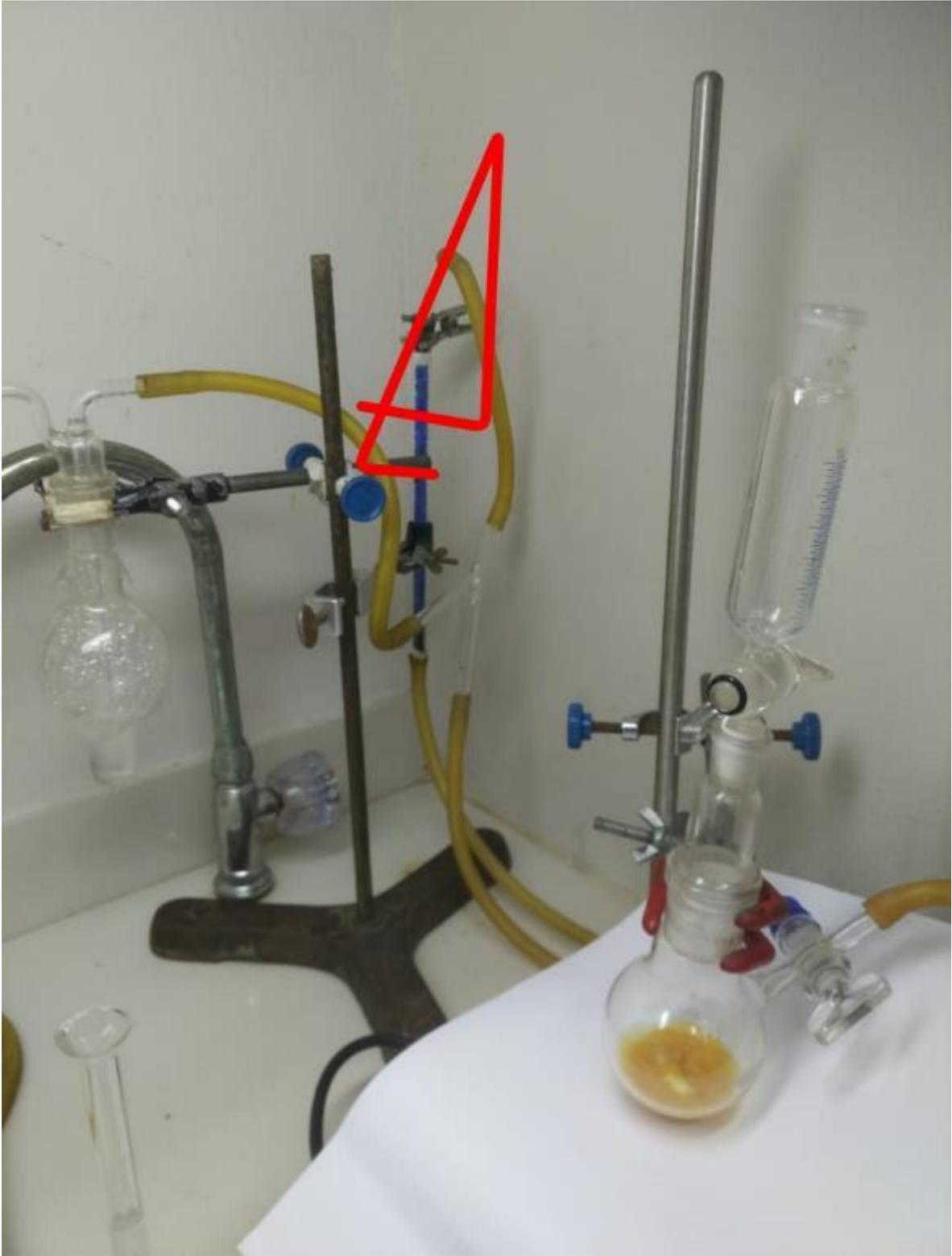






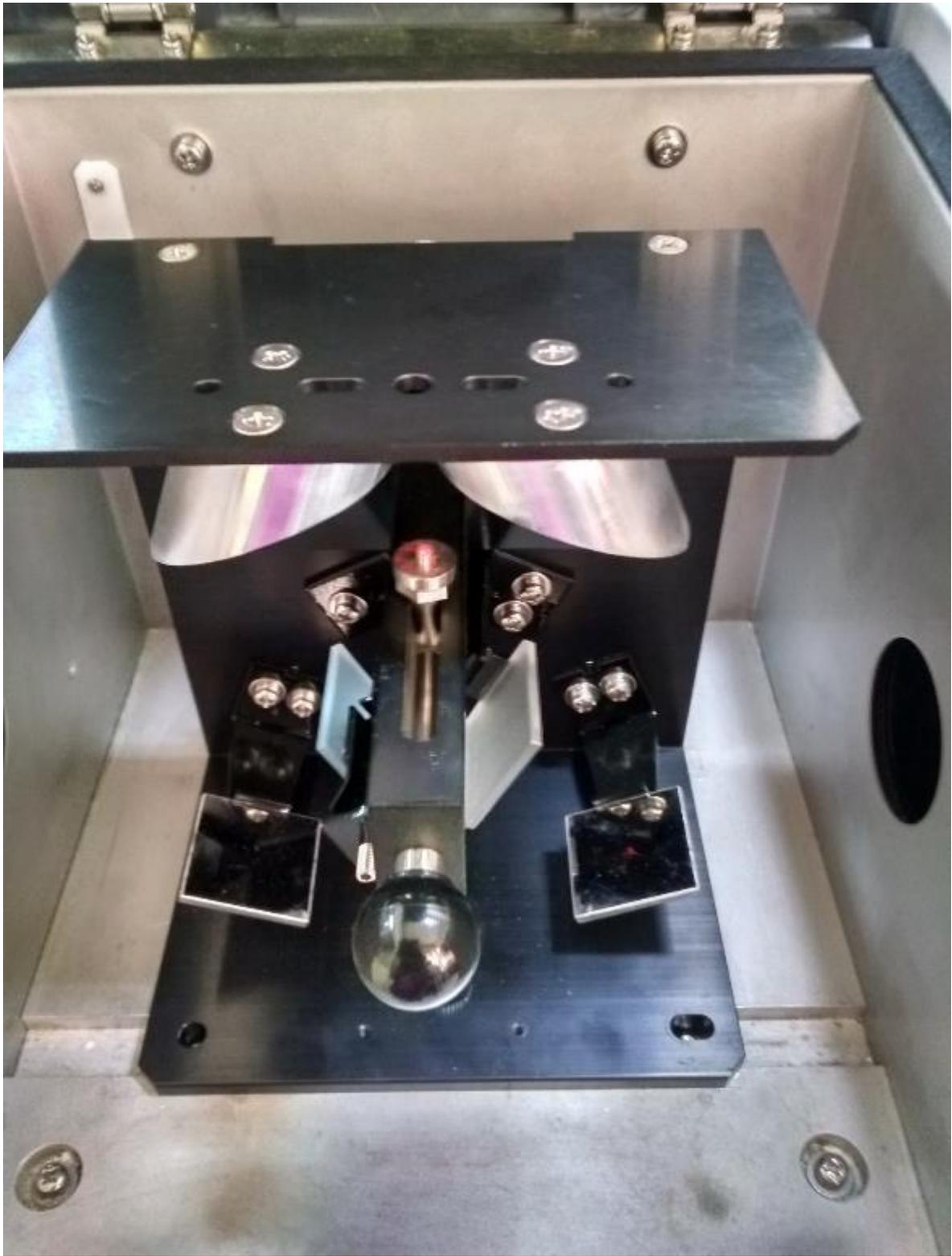


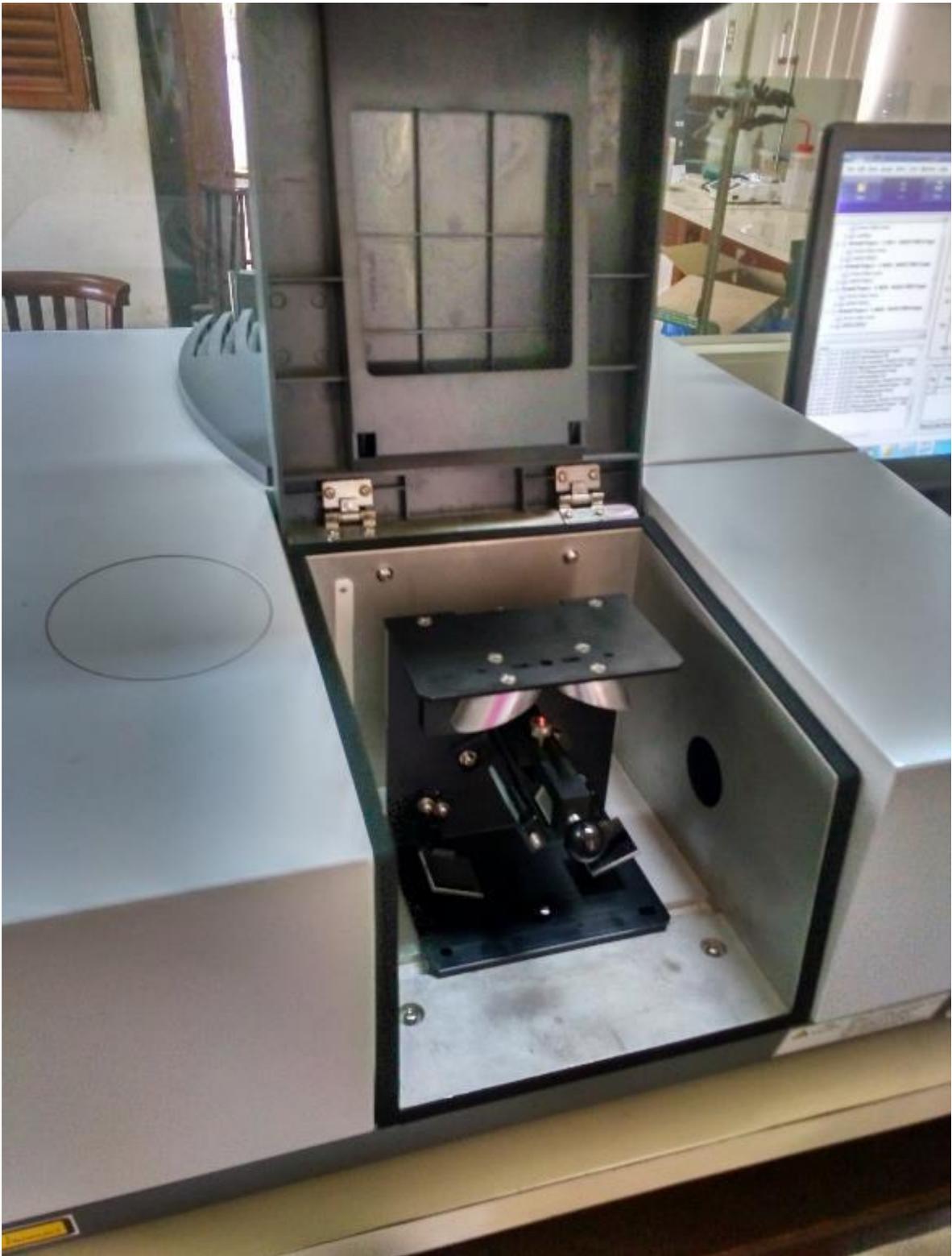














Dr, Jose Vicente Nunja Garcia
ASESOR

Dr. Berardo Beder Ruiz Sanchez
PRESIDENTE

Dr. Alberto Irhaam Sánchez Guzmán
SECRETARIO

M(o). Joaquin José Abarca Rodriguez
VOCAL