



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**“EVALUACIÓN DE LA EFICIENCIA DEGRADATIVA DE AGUAS
CONTAMINADAS CON FENOL EMPLEANDO EL COMPÓSITO
MAGNETITA-QUITOSANO”**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

INGENIERA QUÍMICA

AUTORA: JÉSSICA CAROLINA HIDALGO LEÓN

DIRECTOR: Ing. CARLOS ALCIBAR MEDINA SERRANO MSc.

Riobamba – Ecuador

2021

©2021, Jéssica Carolina Hidalgo León

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

Yo, Jéssica Carolina Hidalgo León, declaro que el presente trabajo de investigación es de mi autoría y que los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otra fuente están debidamente citados y referenciados.

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

Riobamba, 17 de septiembre de 2021



Jéssica Carolina Hidalgo León

060408043-2

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

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: el Trabajo de Integración Curricular: Tipo Proyecto Investigación. “**EVALUACIÓN DE LA EFICIENCIA DEGRADATIVA DE AGUAS CONTAMINADAS CON FENOL EMPLEANDO EL COMPÓSITO MAGNETITA-QUITOSANO**”, realizado por la señorita: **JÉSSICA CAROLINA HIDALGO LEÓN**, 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. César Arturo Puento Guijarro PhD.
PRESIDENTE DEL TRIBUNAL

17 de septiembre
de 2021

Ing. Carlos Alcibar Medina Serrano MSc.
**DIRECTOR DEL TRABAJO DE
INTEGRACIÓN CURRICULAR**

17 de septiembre
de 2021

Ing. Mayra Paola Zambrano Vinueza MSc.
MIEMBRO DEL TRIBUNAL

17 de septiembre
de 2021

DEDICATORIA

El presente trabajo de titulación lo dedico en primer lugar a Dios, que me ha bendecido en el transcurso de mi vida y me ha dado mucha fortaleza para culminar con éxito mi carrera profesional. Con un corazón agradecido y lleno de amor, a mi madre *Ana Lucía León*, quien ha sido mi pilar fundamental durante el arduo camino para cumplir mis metas. A mi hermana y a mis abuelitos: *Yolanda y Rodrigo (+)*, por ser ejemplo de vida e inculcar en mí, perseverancia, humildad, justicia, responsabilidad y disciplina. También con un profundo agradecimiento e infinito amor dedico este gran logro a mi novio: *Diego Arteaga*, quien con su motivación constante me ha brindado su apoyo incondicional en la realización de mi trabajo de titulación.

Jéssica

AGRADECIMIENTO

Agradezco con mucha fe y devoción a Dios y a la Virgen María Auxiliadora por la sabiduría recibida para desarrollar con éxito el presente trabajo de titulación.

Así también un profundo agradecimiento con el Ing. Carlos Medina por su guía, apoyo, acompañamiento y por la confianza brindada en la realización del presente trabajo; sin duda en el poco tiempo que lo he conocido ha demostrado ser un excelente profesional, digno de admirar.

A todos los docentes de mi carrera, sobre todo a quienes se han esforzado por brindarnos a cabalidad sus conocimientos y por enseñarnos a ser profesionales éticos, enseñanzas que pondré en práctica en la vida profesional.

Jéssica

TABLA DE CONTENIDOS

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

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO.....	4
1.1. Antecedentes de la investigación.....	4
1.2. Marco conceptual o glosario.....	6
1.2.1. Agua contaminada.....	6
1.2.1.1. Tratamiento de agua residual.....	6
1.2.2. Fenol.....	7
1.2.2.1. Propiedades físicas.....	8
1.2.2.2. Propiedades químicas.....	9
1.2.2.3. Efectos del fenol sobre la salud humana.....	9
1.2.2.4. Protección respiratoria mínima para el fenol en el aire.....	10
1.2.2.5. Efectos en el medio ambiente.....	11
1.2.3. Compósito.....	12
1.2.4. Magnetita.....	13
1.2.5. Quitosano.....	14
1.2.6. Compósito magnetita-quitosano.....	15
1.2.7. Método de coprecipitación.....	16
1.2.8. Fotocatálisis.....	17
1.2.8.1. Fotocatálisis Homogénea.....	18
1.2.8.2. Fotocatálisis Heterogénea.....	19
1.2.8.3. Elementos necesarios para la fotocatálisis.....	19
1.2.8.4. Tratamiento Fotocatalítico para la eliminación de contaminantes orgánico en medios acuosos.....	20
1.2.9. Proceso Oxidación-Reducción.....	21

CAPÍTULO II

2.	MARCO METODOLÓGICO	22
2.1.	Hipótesis y variables	22
2.1.1.	<i>Hipótesis General</i>	22
2.1.2.	<i>Hipótesis Específicas</i>	22
2.2.	Identificación de variables	22
2.2.1.	<i>Variable Independiente</i>	22
2.2.2.	<i>Variable Dependiente</i>	22
2.3.	Operacionalización de variables	23
2.4.	Matriz de consistencia	25
2.5.	Tipo y diseño de investigación	27
2.5.1.	<i>Tipo de investigación</i>	27
2.5.1.1.	<i>Experimental</i>	27
2.5.2.	<i>Diseño de investigación</i>	27
2.6.	Unidad de análisis	28
2.7.	Población de estudio	28
2.8.	Tamaño de la muestra	29
2.9.	Selección de la muestra	29
2.10.	Etapas de la investigación	29
2.10.1.	<i>Síntesis de la magnetita</i>	29
2.10.2.	<i>Purificación de la magnetita</i>	30
2.10.3.	<i>Dilución del Quitosano</i>	30
2.10.4.	<i>Elaboración de la curva de calibración</i>	31
2.10.5.	<i>Estudio de degradación fotocatalítica</i>	31
2.10.6.	<i>Cinética de la reacción</i>	32
2.10.6.1.	<i>Dosis de magnetita-quitosano</i>	33
2.10.6.2.	<i>Variación de pH</i>	33
2.10.6.3.	<i>Estudio del Peróxido de Hidrógeno (H₂O₂)</i>	34
2.10.6.4.	<i>Estudio de Fuentes de Luz Ultravioleta</i>	34
2.10.7.	<i>Aplicación de las condiciones óptimas del proceso a una concentración de fenol a 500 ppm</i>	35
2.11.	Técnicas de recolección de datos	35
2.11.1.	<i>Determinación de grupos funcionales mediante espectroscopia de infrarrojo</i>	35
2.11.2.	<i>Seguimiento de la concentración del fenol a través de Espectroscopia UV-visible</i>	36

CAPÍTULO III

3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	37
3.1.	Análisis de Resultados	37
3.1.1.	<i>Caracterización del agua contaminada con fenol</i>	37
3.1.1.1.	<i>Determinación de propiedades físicas y químicas</i>	37
3.1.1.2.	<i>Espectroscopia de Infrarrojo del fenol</i>	38
3.1.2.	<i>Caracterización del compósito magnetita-quitosano</i>	38
3.1.2.1.	<i>Espectroscopia de Infrarrojo</i>	38
3.1.3.	<i>Cinética de la reacción</i>	39
3.1.3.1.	<i>Curva de Calibración</i>	40
3.1.3.2.	<i>Porcentaje de degradación del fenol</i>	41
3.1.4.	<i>Aplicación de las condiciones óptimas del proceso a una concentración de fenol a 500 ppm</i>	45
3.1.5.	<i>Análisis Estadístico</i>	45
3.2.	Prueba de hipótesis	49
3.2.1.	<i>Hipótesis específicas</i>	49
3.2.1.1.	<i>Hipótesis 1</i>	49
3.2.1.2.	<i>Hipótesis 2</i>	50
3.2.1.3.	<i>Hipótesis 3</i>	50
3.2.2.	<i>Hipótesis general</i>	51
	CONCLUSIONES	52
	RECOMENDACIONES	53
	BIBLIOGRAFÍA	
	ANEXOS	

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-1.	Propiedades físicas del fenol.	8
Tabla 2-1.	Efectos del fenol sobre la salud humana.....	10
Tabla 3-1.	Protección respiratoria mínima para el fenol en el aire.....	10
Tabla 4-1.	Características de la magnetita	13
Tabla 1-2.	Operacionalización de variables.....	23
Tabla 2-2.	Matriz de consistencia.....	25
Tabla 3-2.	Diseño experimental de la investigación	27
Tabla 1-3.	Determinación de propiedades físicas y químicas	37
Tabla 2-3.	Datos para la curva de calibración.....	40
Tabla 3-3.	Resultados simplificados de la concentración del compósito magnetita- quitosano.....	46
Tabla 4-3.	Análisis de varianza de la concentración de magnetita-quitosano	46
Tabla 5-3.	Resultados simplificados de la variación del pH.....	47
Tabla 6-3.	Análisis de varianza a diferentes rangos de variación de pH.....	47
Tabla 7-3.	Resultados simplificados con fuente de luz natural y sin adicionar H ₂ O ₂	48
Tabla 8-3.	Análisis de varianza en ausencia de luz UV y peróxido de hidrógeno	48

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1.	Contaminación del agua.	6
Figura 2-1.	Composición del fenol.	7
Figura 3-1.	Estructura química del fenol.	9
Figura 4-1.	Estructura química magnetita (Fe_3O_4).....	13
Figura 5-1.	Estructura química del quitosano.....	14
Figura 6-1.	Esquema estructural de nanocompuestos magnéticos: a) núcleo envuelto en una matriz de quitosano; b) multinúcleos dispersos en la matriz de quitosano.	16
Figura 7-1.	a) Mecanismo de condensación de complejos hidroxilados; b) Mecanismo de condensación de complejos oxohidroxo.....	17
Figura 8-1.	Esquema del proceso fotocatalítico en una partícula de semiconductor.....	18
Figura 9-1.	Proceso de fotocatalisis.....	20
Figura 10-1.	Características del mecanismo directo e indirecto en la fotocatalisis.....	21
Figura 1-2:	a) Proceso inicial de la síntesis de la magnetita b) Proceso final.	29
Figura 2-2:	a) Purificación de magnetita con agua destilada y etanol b) Magnetita purificada.	30
Figura 3-2.	Dilución del quitosano.....	31
Figura 4-2:	a) Diseño del fotorreactor con fuente continua de radiación UV; b) Inicio de la reacción.....	31
Figura 5-2.	Preparación de la solución del compuesto magnetita-quitosano.....	33
Figura 6-2.	Muestras de variación del pH con imanes de neodimio en la base.....	34
Figura 7-2.	Ausencia de Peróxido de Hidrógeno.....	34
Figura 8-2.	Experimento en ausencia de luz UV.....	35
Figura 1-3.	Diseño del fotorreactor.	51

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1-3.	Espectro infrarrojo muestra fenol.....	38
Gráfico 2-3.	Espectro infrarrojo muestra magnetita-quitosano.....	39
Gráfico 3-3.	Curva de Calibración del fenol.....	40
Gráfico 4-3.	Resultados de la degradación del fenol a diferentes dosis del compuesto magnetita- quitosano en el Espectrofotómetro UV-visible.....	41
Gráfico 5-3.	Resultados de la degradación del fenol a diferentes variaciones del pH en el espectrofotómetro UV-visible.....	42
Gráfico 6-3.	Resultados de la degradación del fenol con fuente de luz natural en el espectrofotómetro UV-visible.....	43
Gráfico 7-3.	Resultados de la degradación del fenol en ausencia del peróxido de hidrógeno en el espectrofotómetro UV-visible	44
Gráfico 8-3.	Resultados de la degradación del fenol a una concentración de 500 ppm en el espectrofotómetro UV-visible.....	45

ÍNDICE DE ANEXOS

- ANEXO A:** LECTURAS DE ABSORBANCIA DE LAS MUESTRAS CON DISTINTAS CONCENTRACIONES DEL COMPÓSITO MAGNETITA-QUITOSANO.
- ANEXO B:** LECTURAS DE ABSORBANCIA DE LAS MUESTRAS CON VARIACIÓN DEL PH.
- ANEXO C:** LECTURAS DE ABSORBANCIA DE LAS MUESTRAS CON AUSENCIA DE PERÓXIDO DE HIDRÓGENO Y LUZ ULTRAVIOLETA EN 4 PERÍODOS DE TIEMPO 50, 100, 150 Y 200 MINUTOS.
- ANEXO D:** LECTURAS DE ABSORBANCIA DE LAS MUESTRAS CON CONCENTRACIÓN DEL FENOL 500 PPM EN 4 PERÍODOS DE TIEMPO 50, 100, 150 Y 200 MINUTOS.
- ANEXO E:** CERTIFICADO DE CUMPLIMIENTO DE NORMATIVA

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

NPs:	Nanopartículas
NPMs:	Nanopartículas magnéticas
Nm:	Nanómetro
UV:	Ultravioleta
UV-vis:	Ultravioleta-Visible
FTIR:	Espectrómetro Infrarrojo con transformadas de Fourier
g:	Gramos
mg:	Miligramos
ml:	Mililitros
L:	Litros
°C:	Grados centígrados
Rpm:	Revoluciones por minuto
Mol:	Moles
EPA:	Agencia de Protección Ambiental
ASTDR:	Agencia para Sustancias Tóxicas y Registro de Enfermedades
GD:	Grado de desacetilación
pH:	Potencia hidrógeno
ppm:	Partes por millón
abs:	Absorbancias

RESUMEN

La presente investigación tiene como objetivo evaluar la eficiencia degradativa de aguas contaminadas con fenol empleando el compuesto magnetita-quitosano; para lo cual se sintetizó la magnetita mediante el método de co-precipitación (técnica de separación magnética), así como también se realizó la dilución del quitosano y se incorporó a la solución de magnetita purificada; se preparó la solución madre de fenol e inmediatamente se caracterizaron mediante espectroscopia infrarroja confirmando la presencia de grupos funcionales propios de dicho compuesto y del fenol. Posteriormente se realizaron 44 experimentos, obteniéndose los siguientes resultados: concentración de magnetita-quitosano (el resultado más favorable es uno con 46.31% de degradación de fenol), variación de pH (el mejor resultado es seis dando un porcentaje de 47,45% de disminución en la concentración de fenol), en ausencia de luz UV (58,51%), en ausencia de peróxido de hidrógeno, los mismos que se analizaron en el espectrofotómetro UV-visible. Con la información obtenida, se realizó un análisis estadístico cuantitativo, concluyendo que el mejor resultado fue en ausencia de peróxido de hidrógeno, en donde se alcanzó hasta el 60.29% de degradación de fenol en un tiempo de 200 minutos que fue el tiempo de equilibrio en esta investigación, además se diseñó un fotorreactor con una fuente continua de radiación ultravioleta llegando a la conclusión que no es una variable tan significativa ya que en ausencia de la misma el porcentaje de degradación del fenol fue mayor. Se recomienda para futuros estudios utilizar fuentes de luz ultravioleta a diferentes longitudes de onda para verificar su influencia en el estudio de fotodegradación.

Palabras clave: <DEGRADACIÓN>, <FENOL>, <FOTOCATÁLISIS>, <COMPÓSITO>, <MAGNETITA-QUITOSANO>, <CO-PRECIPITACIÓN>

**LEONARDO
FABIO MEDINA
NUSTE**

Firmado digitalmente por
LEONARDO FABIO MEDINA
NUSTE
Fecha: 2021.09.28 08:23:43
-05'00'



1836-DBRA-UTP-2021

ABSTRACT

The present investigation objective deals with evaluating the degrading efficiency of contaminated water with phenol using the chitosan-magnetite composite; for this the magnetite was synthesized through the co-precipitation method (magnetite separation technique), at the same time the chitosan dilution was carried out and a solution of purified magnetite was incorporated; the phenol raw solution was prepared and they were characterized through the infrared spectroscopy confirming the presence of functional groups features of such a composite and of phenol. Later 44 experiments were performed with the following results: chitosan-magnetite concentration (the most favorable is the one with 47,45% decrease in the phenol concentration), in the UV light absence (58.51%) in the hydrogen peroxide absence, which were analyzed in the UV-visible spectrophotometer. With the obtained information the quantitative statistical analysis was carried out, concluding that the best result was in the hydrogen peroxide absence, where up to 60.29% phenol degradation was reached in a 200-minute time which was the balance time in this investigation; moreover, a photoreactor was designed with a continuous UV radiation source concluding that it is not so significant variable as in its absence the phenol degradation percentage was major. It is recommended for future studies to use UV light sources at different wave length to verify its influence in the photodegradation study.

Keywords: <DEGRADATION>; <PHENOL>; <PHOTOCATALYSIS>; <COMPOSITE>; <CHITOSAN-MAGNETITE>; <CO-PRECIPITATION>.

INTRODUCCIÓN

Identificación del Problema

La contaminación del agua debido a la actividad industrial es un problema que se vuelve más agravante con el paso del tiempo, los compuestos aromáticos por su parte poseen una gran estabilidad lo que conlleva a que no se puedan degradar en el medio ambiente; por lo tanto, se convierten en contaminantes muy persistentes. El fenol, en particular, es un compuesto aromático y uno de los contaminantes ambientales más peligrosos y habituales en aguas residuales de una variedad de industrias químicas, petroquímicas y agroalimentarias. Es un componente muy tóxico que puede afectar gravemente la salud tanto en seres humanos, como en animales que habitan en los medios acuáticos. Los procesos productivos de las industrias farmacéutica, perfumería, explosivos, resinas fenólicas, plásticos, textiles, refinerías de petróleo, colorantes, destilerías de alquitrán, pesticidas y plaguicidas expulsan alrededor del 26.3% al aire, el 73.3% se destina a las aguas y aproximadamente el 0.4% en el suelo (Montenegro, 2010, p. 1-3).

La Agencia de Protección Ambiental (EPA), menciona que el fenol es un componente contaminante desde 1979; a su vez, la Agencia para Sustancias Tóxicas y Registro de Enfermedades ATSDR confirma los efectos negativos que presenta la ingestión de fenol en la salud humana, afirmando que puede causar incluso la muerte al ingerir cantidades de 1 a 32 g; por lo tanto, cabe recalcar que el consumo de agua contaminada es un gran peligro para la salud. (Montenegro, 2010, p. 2).

Los compuestos derivados del fenol en el agua causan daños irreparables a las especies acuáticas como anélidos, moluscos, crustáceos, equinodermos y peces (los valores mínimos de concentración del fenol en crustáceos y peces están entre 3 y 7 mg/l, los datos de toxicidad aguda para organismos marinos son semejantes con los de agua dulce). Por ejemplo: La mayoría de los crustáceos cuando están expuestos por siete días a concentraciones constantes de T.F.M. (3-trifluorometil-4-nitrofenol) la cual se muestra en sus tejidos 58 veces más elevada que la encontrada en el agua; por lo tanto, para dar solución a esta problemática, es conveniente que las especies se transporten a un sistema con agua limpia para que puedan desintoxicarse (Colcha et al., 2015, p. 6-8).

Justificación de la investigación

Es conveniente aprovechar las excelentes propiedades del compuesto magnetita-quitosano debido a que exhiben buena actividad catalítica, a sus propiedades ferromagnéticas que facilitan su separación de los medios de reacción lo que permite separar con mayor facilidad. Sus aplicaciones son amplias, en general para la eliminación de residuos y agentes contaminantes de cuerpos acuíferos (Bezdorozhev et al., 2017, p. 2-4).

El fenol por su parte es un compuesto orgánico muy utilizado en la industria química para la fabricación de fibras sintéticas, aspirinas, enjuagues bucales, adhesivos, aceites lubricantes, también es un compuesto recalcitrante que se ha detectado en los efluentes de las plantas de tratamiento de aguas residuales. Además de ser un compuesto tóxico para los seres humanos, es una amenaza para la vida acuática y terrestre pues su presencia en diversos ambientes impide un desarrollo adecuado de organismos que viven en estos medios, causando alteraciones en el ecosistema por lo que es necesario eliminar el fenol de los efluentes industriales antes de ser descargados al medio ambiente (Montenegro, 2010, p. 6-10).

La importancia de esta investigación radica en evaluar la eficiencia degradativa de aguas contaminadas con fenol empleando el compuesto magnetita-quitosano ya que tiene excelentes propiedades en cuanto a la biocompatibilidad, tiene la capacidad de disminuir la concentración de fenol, además es un método factible de realizar tanto a nivel de laboratorio como industrial, con lo cual se plantea que a futuro este trabajo de titulación sirva de referente para dar solución a la problemática que presentan ciertas industrias ecuatorianas que tienen en sus efluentes este compuesto contaminante, convirtiéndose en un método que pueden implementar con facilidad dichas industrias y de esta manera tener un ecosistema terrestre y acuático más limpio para que las especies se puedan desarrollar en completa normalidad en su hábitat natural y los seres humanos mediante la utilización del equipo de seguridad apropiado cuando se va a trabajar con este tipo de componentes tóxicos para así evitar afectaciones graves a la salud debido a que al estar en contacto con una baja cantidad de fenol puede ocasionar inflamación en la garganta, afecta al sistema nervioso produciendo náuseas, dolor de cabeza, intoxicación e incluso pérdida del conocimiento, ocasiona daños en el sistema cardiovascular causando taquicardia, hipotensión, al tener contacto con la dermis el fenol puede ocasionar graves quemaduras, entre otros problemas que acarrea la exposición de este contaminante por lo que es una obligación ambiental buscar alternativas para su degradación.

OBJETIVOS

Objetivo General

Evaluar la eficiencia degradativa de aguas contaminadas con fenol para su mineralización empleando el compósito magnetita-quitosano.

Objetivos Específicos

- Realizar estudios de la degradación del fenol en soluciones acuosas sintéticas a diferentes condiciones experimentales utilizando espectrofotometría UV-Visible.
- Caracterizar las muestras del compósito para verificar la acomplejación de las sustancias precursoras.
- Diseñar un fotorreactor con una fuente continua de radiación ultravioleta para determinar la influencia de la luz en la degradación del contaminante.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO

1.1. Antecedentes de la investigación

La síntesis del fenol comenzó durante la primera guerra mundial, para producir ácido pícrico (2, 4, 6-trinitrofenol) que es un explosivo. La fabricación de fenol ha aumentado en la actualidad, con la producción de ocho millones de toneladas métricas al año a nivel mundial que se utiliza para una variedad de aplicaciones en la industria (Jaimes, 2016, p. 17).

Durante los últimos años, debido al aumento de la industrialización y la gran demanda de productos químicos, ha beneficiado al desarrollo económico y social, pero en contraposición ha incrementado los índices de contaminación, aumentando la presencia de fenoles en los efluentes de aguas residuales lo cual ocasiona efectos medioambientales graves tanto para los seres humanos como para las especies acuáticas.

En el estudio presentado por Alizadeh et al. (2018, p. 1) se preparó un nuevo EDTA magnético reticulado/quitosano/ TiO_2 (MECT) como bioadsorbente ecológico eficaz para la eliminación de iones Cd (II) y fenol de una solución acuosa. El quitosano magnético se mejoró mediante la funcionalización de la superficie además de la reticulación de la superficie con EDTA y fotocatalítico con TiO_2 ; el nanocompuesto se caracterizó por las siguientes técnicas: FEM-SEM, EDX, FTIR y XRD, también se investigó la adsorción de iones Cd (II) y la degradación del fenol en diferentes condiciones experimentales. Los resultados revelaron que la nanopartícula de MECT con un diámetro promedio de 40 nm tuvo el mejor desempeño en la adsorción de Cd (II) y la degradación de fenol a valores de pH óptimos de 5-6. Además, la cinética de adsorción procedió de acuerdo con el mecanismo del modelo de pseudo-segundo orden. La capacidad máxima de adsorción de Cd (II) obtenida del modelo de Langmuir fue de 209.205 mg g⁻¹ y la eficiencia de degradación del fenol fue de hasta el 90%.

En la revisión realizada por Pujol et al. (2020, p. 1) se trataron cuatro compuestos fenólicos ya sea como moléculas individuales o en mezclas mediante electro-Fenton heterogéneo utilizando una celda indivisa con un cátodo de malla de Ti, que entra en contacto con un compuesto hecho de nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4) sobre quitosano y un ánodo de diamante dopado con boro. Las remociones logradas con la aplicación de 2.3 V durante 4 h para modelar soluciones con 0,5 mol dm⁻³ H₂SO₄ como electrolito fueron: 93% para fenol, 30% para m-clorofenol, 24% para o-clorofenol y 22% para p-clorofenol. Las eficiencias de eliminación de DQO alcanzaron el 95% para el fenol y el m-clorofenol, el 88% para el p-clorofenol y el 57% para el o-clorofenol.

El equipo de investigación de la Universidad King Saud en Arabia Saudita muestra la degradación fotocatalítica de nitrobenzeno (NB), utilizando nanopartículas magnéticas de magnetita (Fe_3O_4)

como fotocatalizador en presencia de luz UV. La magnetita se sintetizó mediante un método de coprecipitación inversa asistida por ultrasonidos (US-RP) se usó FeSO_4 , FeCl_3 y NH_4OH como precursores. Las nanopartículas preparadas se caracterizaron por espectroscopia UV-vis, espectroscopia infrarroja transformada de Fourier de reflectancia total atenuada (ATR FT-IR), espectroscopia Raman, difracción de rayos X (XRD), microscopía electrónica de barrido por emisión de campo (FE-SEM), dispersión dinámica de luz (DLS), potencial Zeta, magnetómetro de muestra vibrante (VSM) y análisis termogravimétrico magnético (MTGA). La sucesiva disminución de la absorbancia a 265 nm muestra la disminución efectiva de la concentración de NB medida por espectroscopia UV-vis. Los intermedios de reacción detectados por cromatografía de gases / espectro de masas (GC / MS) fueron 2-nitrofenol (2-NPh), 3-nitrofenol (3-NPh) y 4-nitrofenol (4-NPh). Gracias a las nanopartículas de magnetita, mostró una degradación óptima de nitrobenceno a un pH inicial de 2 y 100 ppm del fotocatalizador (Reyes et al., 2020, p. 2).

En Ecuador Colcha Paullán & Yaulema. (2016, p. 16) de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, degradó fenol encontrado en las descargas de aguas residuales de la refinera de Shushufindi a través de fotoxidación catalítica homogénea y heterogénea para la purificación de la misma. Se tomaron muestras de agua que provenían de las descargas industriales de dicha refinera, se caracterizaron tales muestras determinando una concentración de 0.100 ppm de fenol. Se procedió con el tratamiento fotocatalítico heterogéneo, se utilizó una lámpara de luz UV con una longitud de onda de 240-280 nm por 24 horas de tratamiento. Para el fotofenton se utilizó H_2O_2 como oxidante y Fe (II) a un pH ácido, manteniendo a luz solar por 60 minutos. En los resultados se mostró que en el tratamiento heterogéneo se degradó 0,046 ppm de fenol; es decir el 46%; por el contrario, en el homogéneo se degradó 0,057 ppm, es decir el 57% de fenol. Estos tratamientos estuvieron a pH= 3, siendo el más óptimo para la degradación del fenol.

En el trabajo presentado por He et al. (2019, p. 1) se utilizó por primera vez magnetita (Fe_3O_4) y hierro de valencia cero (FeO) para mejorar la digestión anaeróbica del fenol. Los resultados indicaron que se generó un efecto sinérgico evidente con el acoplamiento de Fe_3O_4 y FeO en el transcurso de toda la digestión anaeróbica del fenol. La tasa de degradación de fenol y la producción de metano con $\text{Fe}_3\text{O}_4 / \text{FeO}$ añadido aumentaron en un 8,8% - 23.1% y un 11,9 – 31,6%, respectivamente en comparación con el Fe_3O_4 añadido que se obtuvo un 5,1 – 17,1% y un 4,4 – 18,3% respectivamente con el grupo agregado de FeO , con el cual mejoró el crecimiento de metanógenos hidrogenotróficos y Fe_3O_4 ayudó al crecimiento de bacterias oxidantes de acetato sintróficas. Finalmente, la interacción sintrófica entre la bacteria oxidante del acetato y los metanógenos hidrogenotróficos jugó un papel vital en el efecto sinérgico de Fe_3O_4 y FeO , en toda la digestión anaeróbica del fenol.

Como hemos analizado con los estudios que se han realizado el compuesto magnetita-quitosano juega un papel importante en la remoción de contaminantes como el fenol; es por ello que en el presente trabajo de titulación se pretende evaluar la eficiencia degradativa de aguas contaminadas

con fenol mediante la síntesis del compuesto magnetita-quitosano, evidentemente se conoce que el fenol es materia prima para múltiples industrias a nivel nacional e internacional como en la fabricación de tintes, plásticos, pulpa y papel, en el proceso de refinado del petróleo, plantas de procesamiento de carbón, en el sector farmacéutico, entre otros. Es por ello que es indispensable buscar nuevas alternativas amigables para el medio ambiente.

1.2. Marco conceptual o glosario

1.2.1. Agua contaminada

La Organización Mundial de la Salud (OMS), manifiesta que las aguas residuales, han sufrido modificaciones en su composición de manera que no poseen las condiciones necesarias para el uso que se le hubiese dado en su estado natural (Delagua Water Testing Ltd 2000, p. 2).



Figura 1-1. Contaminación del agua.

Fuente: (Delagua Water Testing Ltd, 2000).

- **Calidad microbiológica:** Se realizan estudios de microorganismos, los cuales indican la existencia de polución fecal, por ejemplo: *Escherichia coli* o la determinación de densidad de patógenos (Instituto de Hidrología 2010, p. 233).
- **Calidad química:** Se efectúan estudios que corroboran la presencia de aditivos, además de compuestos químicos presentes en el agua a tratar (Instituto de Hidrología 2010, p. 233).

1.2.1.1. Tratamiento de agua residual

Se dividen en tres grupos: tratamientos primarios, secundarios y terciarios.

En el tratamiento primario el objetivo fundamental es eliminar los sólidos suspendidos, esto se puede realizar mediante la separación por filtración (sólidos de diámetro grande), separación por gravedad (partículas libres por gravedad), igualación de flujo (aumentar el flujo del agua), pre-tratamiento químico (adición de químicos para la eliminación de aceites), flotación de aire disuelto (decantación y eliminación de sólidos), entre otros (Schiavo, 2014, p. 19).

El tratamiento secundario se lleva a cabo para la degradación de compuestos orgánicos con la utilización de tratamientos biológicos. Se clasifican en: anaerobios (eliminación biológica de contaminantes orgánicos en ausencia de oxígeno) y aerobios (tanques de aireación en los que se suministra oxígeno a los microorganismos) (Schiavo, 2014, p. 19).

En los tratamientos terciarios la finalidad es eliminar compuestos difíciles de remover en los tratamientos anteriores; por lo tanto, se busca alcanzar los estándares de calidad del agua. Los procesos que se efectúan en este tratamiento son: nitrificación (el amoníaco se puede convertir en nitrato por el proceso de nitrificación), de-nitrificación (el nitrato se elimina a través de la conversión biológica a gas nitrógeno en ausencia de oxígeno disuelto), eliminación del fósforo por el método de precipitación química, adsorción, intercambio iónico, ultrafiltración, desinfección, procesos de oxidación convencionales y procesos de oxidación avanzada (Schiavo, 2014, p. 19).

1.2.2. Fenol



Figura 2-1. Composición del fenol.

Fuente: (Montenegro, 2010).

Los fenoles (C_6H_6O) son compuestos aromáticos que contienen uno o más grupos hidroxilo unidos al anillo aromático y contenidos en las aguas residuales de una variedad de industrias. Se puede obtener de manera natural o antropogénica, mediante la destilación fraccionada del alquitrán del carbón y hulla. La mayor parte de la cantidad producida de fenol es sintética; por ejemplo: se obtiene del bencenosulfonato de sodio con álcali, el llamado “Proceso de Dow”, en donde el clorobenceno reacciona con hidróxido de sodio acuoso a $360^{\circ}C$, además se puede obtener a partir del cumeno (Montenegro, 2010, p. 5).

El fenol, como materia prima industrial importante, se genera ampliamente en la fabricación de tintes, plásticos, productos de madera, pulpa y papel con cargas de $0,1 - 1600 \text{ mg.l}^{-1}$, en el proceso de refinado del petróleo ($6 - 500 \text{ mg.l}^{-1}$), plantas petroquímicas ($2,8 - 1220 \text{ mg.l}^{-1}$), plantas de cerámica, plantas de procesamiento de carbón y el sector farmacéutico, manufacturación de textiles, fungicidas, herbicidas, entre otros (Pujol et al., 2020, p. 1).

Se usa ampliamente, en la elaboración de resinas fenólicas, así como también en la producción de nylon y otras fibras sintéticas. Es utilizado en gran medida en la industria química,

farmacéutica y clínica como un poderoso fungicida, bactericida, antiséptico y desinfectante, en la producción de bisfenol A (materia prima para fabricar resinas epoxi y policarbonatos), en el proceso de producción de ácido acetilsalicílico (aspirina) y en preparaciones médicas como enjuagues bucales y pastillas para el dolor de garganta (Jaimés, 2016, p. 18). Más de 10 millones de toneladas de aguas residuales fenólicas se vierten anualmente al medio ambiente, como es de conocimiento, el fenol y sus derivados tienen efectos adversos sobre la salud humana y la seguridad ambiental; por lo tanto, el fenol está estrictamente limitado como contaminante prioritario por la Agencia de Protección Ambiental de EE. UU. (EPA de EE. UU.), El Inventario Nacional de Emisiones de Contaminantes (NPRI) y el Ministerio de Protección Ambiental de China (CMEP), etc.

1.2.2.1. Propiedades físicas

Tabla 1-1. Propiedades físicas del fenol.

Propiedad	Valor
Fórmula química	C_6H_6O
Masa molecular	94,1 g/mol
Estado físico	sólido
Apariencia	blanco-incoloro
Solubilidad en agua (g/ml)	0,067 a 16°C
Punto de ebullición (°C) (760 mmHg)	181,75
Punto de fusión (°C)	43
Presión de vapor (mmHg)	0,357 a 20°C 2,48 a 50°C 41,3 a 100°C
Gravedad específica (agua = 1 g/ml)	1,0545 a 45°C, agua 4°C
Presión de vapor (Pa a 20°C)	47
Densidad relativa de vapor (aire = 1 g/ml)	3,24
Densidad relativa de la mezcla vapor/aire a 20°C (aire = 1 g/ml)	1,001
Punto de inflamación (°C)	79 copa cerrada
Koc	2900 dm^3/kg
Temperatura de Auto ignición (°C)	715
Límites de inflamabilidad (% vol)	1,7 – 8,6
pH	4,8 – 6,0 al 5% en agua

Fuente: (Instituto de Hidrología, 2010, pp. 219-220).

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

1.2.2.2. Propiedades químicas

El fenol posee en su estructura un anillo bencénico y tiene un grupo hidroxilo en lugar de uno de los átomos de hidrógeno, como lo muestra la siguiente estructura:

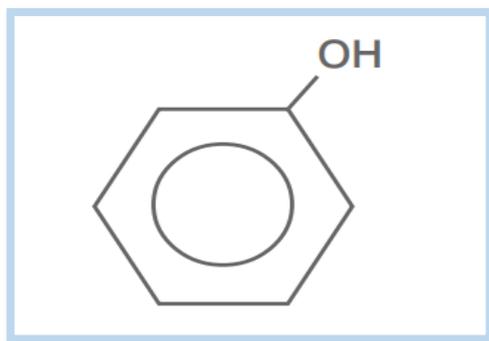


Figura 3-1. Estructura química del fenol.

Fuente: (Instituto de Hidrología, 2010).

Gracias a la presencia del anillo bencénico en su estructura, el fenol tiene la capacidad de estabilizarse, por lo que pierde con relativa facilidad el hidrógeno de su grupo hidroxilo, haciendo que se comporte como un ácido débil (Instituto de Hidrología, meteorología y estudios ambientales de Colombia, 2010, p. 220).

El fenol es un compuesto combustible, el cual se quema en presencia de oxígeno y produce monóxido de carbono (CO) generado de la combustión incompleta, el cual es un gas tóxico, debido a que es sensible a agentes oxidantes, además la pérdida del átomo de hidrógeno proveniente del grupo hidroxilo del fenol, es sucedida por la estabilización por resonancia del radical feniloxilo resultante. El radical formado puede seguir oxidándose con facilidad, por consiguiente, el tipo de agente oxidante empleado y las condiciones de oxidación puede facilitar la formación de productos como: dihidroxibenceno, trihidroxibenceno y/o quinonas. Las propiedades químicas mencionadas hacen del fenol un excelente antioxidante, que actúa como agente de captura de radicales (Instituto de Hidrología, meteorología y estudios ambientales de Colombia, 2010, p. 220).

Cabe recalcar que genera una variedad de reacciones de sustitución electrofílica; entre las más importantes se encuentran: halogenación y sulfonación, a su vez reacciona con compuestos carbonílicos en medio ácido y en medio básico. Con la utilización de formaldehído (CHOH) el fenol es hidroximetilado y condensado, dando como resultado la formación de resinas (Instituto de Hidrología, meteorología y estudios ambientales de Colombia, 2010, p. 220).

1.2.2.3. Efectos del fenol sobre la salud humana

Tabla 2-1. Efectos del fenol sobre la salud humana

SISTEMA DEL SER HUMANO	EFEECTO DEL FENOL
Sistema Nervioso Central	Causa pérdida de la conciencia, ataques, depresión respiratoria y coma
Sistema Respiratorio	Exposiciones leves causan irritación del tracto respiratorio superior Exposiciones más serias pueden causar inflamación de la garganta y tráquea, ulceración de la tráquea y edema pulmonar
Sistema Cardiovascular	Causa en principio elevación de la presión sanguínea, después progresivamente baja la presión y causa un shock, arritmia cardíaca
Sistema Gastrointestinal	Causa comúnmente náusea, vómito y diarrea. Si se ingiere causa daño a la boca, garganta, esófago y estómago
Sistema Renal	Fallo renal agudo y desequilibrio ácido-base
Sistema Ocular	Inflamación del ojo y del párpado. Puede nublarse la superficie del ojo
Sistema Dérmico	Si es aplicado directamente puede causar manchas color marrón. Al mantener fenol sobre la superficie de la piel, penetra rápidamente y causa muerte ocular y gangrena Si es expuesto en más de 100 cm^2 de piel, existe un riesgo de muerte inmediata.

Fuente: (Montenegro, 2010, p. 9).

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

1.2.2.4. Protección respiratoria mínima para el fenol en el aire

Tabla 3-1. Protección respiratoria mínima para el fenol en el aire.

Condición	Protección respiratoria mínima arriba de 19 mg/m^3 (OSHA)
Concentración de hasta 50 mg/m^3	<ul style="list-style-type: none"> - Una máscara de gases de tipo mentón o cilindro para gases orgánicos con un filtro para polvo y niebla. - Un respirador con suministro de aire.

	<ul style="list-style-type: none"> - Cualquier aparato de respiración autocontenido con pieza facial completa
<p>Concentración de hasta 100 mg/m^3</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Un respirador con cartuchos químicos y pieza facial completa, los cartuchos deben ser adecuados para vapores químicos; el respirador debe poseer un filtro para polvo y niebla. - Una máscara de gas de tipo mentón con cilindro para vapores orgánicos y filtro para polvo y niebla. - Un respirador con suministro de aire, con pieza facial completa, yelmo o capucha. - Cualquier aparato de respiración autocontenido con pieza facial completa
<p>Concentración mayor a 100 ppm o concentraciones desconocidas</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Aparatos de respiración autocontenidos con pieza facial completa operados en demanda de presión o algún otro modo de presión positiva. - Una combinación de respirador que incluya respirador con pieza facial completa operado en demanda de presión o algún otro modo de presión positiva o de flujo continuo y un aparato auxiliar de respiración autocontenido operado en modo de demanda de presión u otro modo de presión positiva
<p>En caso de lucha contra fuego</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Aparato de respiración autocontenido con pieza facial completa operado en modo de demanda de presión u otro modo de presión positiva. - Cualquier máscara que provea protección contra vapores orgánicos y partículas. - Cualquier aparato de evacuación de respiración autocontenido. - Evacuación

Fuente: (Instituto de Hidrología, meteorología y estudios ambientales, 2010, p. 230).

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

1.2.2.5. Efectos en el medio ambiente

La combustión que se produce por automóviles libera fenol a la atmósfera, pasa al aire y suelos desde el aire por deposición húmeda, cuando se encuentra en el suelo se puede mover por lixiviación mediante la lluvia llegando a las aguas subterráneas, la evaporación del fenol en el agua es lenta. El fenol al ser descargado en fuentes de agua representa riesgos mediante

organismos acuáticos. La EPA determinó un nivel de contaminación del fenol a $0,02 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$, además en concentraciones de $5 - 25 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ puede ser tóxico para los peces. Además, es muy contaminante para las aguas, por lo que no se debe permitir su incorporación al suelo ni a medios acuáticos. A continuación, se detalla la eco-toxicidad del fenol:

- Bacterias (*Photobacterium phosphoreum*): EC50 (concentración efectiva a la cual los organismos sufren un efecto adverso por parte del contaminante) = 25,6 mg/l (15 minutos, muy tóxico).
- Crustáceos (*Daphnia magna*): EC50 = 12 mg/l (24 horas, extremadamente tóxico).
- Peces (*Carassius auratus*): DL50 = 46 mg/l (24 horas, extremadamente tóxico).
- Medio receptor: Riesgo del fenol en el medio acuático (Alto).
- Riesgo del fenol para el medio terrestre: Alto

El fenol representa un riesgo para el medio ambiente debido a su elevada toxicidad (Colcha y Yaulema, 2016, p. 8).

1.2.3. Compósito

Son materiales que se producen de manera sintética, los cuales se mezclan heterogéneamente obteniendo un compuesto que está constituido por dos, o más componentes y sus características provienen de cada uno, además dependen de la forma en que se unen dichos componentes ya que los compósitos pueden tener características combinadas de cada uno, poseen propiedades físicas y químicas que se diferencian en su composición. Los materiales compuestos se han creado con la finalidad de optimizar la combinación de propiedades mecánicas como la tenacidad, rigidez y resistencia a la tracción a temperatura ambiente y a altas temperaturas (Menchaca, 2018, p. 11).

Los materiales compuestos (compósitos) orgánicos/inorgánicos, se han investigado arduamente por su aplicación en una variedad de áreas, además de crecimiento substancial en la ciencia de los materiales y la ingeniería. El empleo de nanopartículas magnéticas en la fabricación de los compósitos tiene un sinnúmero de aplicaciones importantes en múltiples áreas de la medicina, la biotecnología, en el desarrollo de artefactos electrónicos y fotovoltaicos, en la tecnología medioambiental, la posibilidad de generar materiales inteligentes con respuesta magnética viene a ser una herramienta de gran utilidad tanto para aplicaciones en el laboratorio como a gran escala (Menchaca, 2018, p. 11).

Están constituidos por dos fases: la primera que se conoce como matriz, y la segunda llamada reforzante, que se encuentra fuertemente adherida a la primera. La fase matriz del compósito es la más resistente, y en ocasiones la menos resistente y dura. La fase reforzante suele tener una elevada elasticidad, pero también mayor fragilidad (Olivares et al., 2003, p. 43).

1.2.4. Magnetita

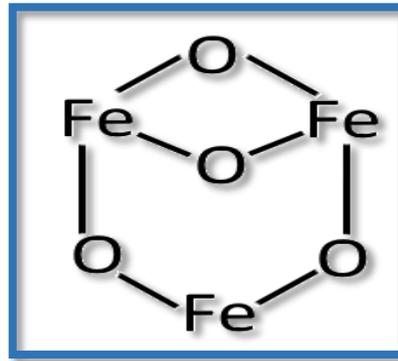


Figura 4-1. Estructura química magnetita (Fe_3O_4).

Fuente: (Noval et al., 2017).

La magnetita (Fe_3O_4), es un óxido de hierro que está distribuido por: 27,6% de oxígeno y 72,4% de hierro. En su estructura se encuentran dos posiciones cristalinas (tetraédricas y octaédricas) que forman la base para dos subredes cúbicas alternadas que da lugar a momentos magnéticos desiguales y antiparalelos. Esto explica el comportamiento ferrimagnético que tiene. Las técnicas empleadas para su caracterización son: la espectroscopia UV-visible; para determinar la composición química: la espectroscopia infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR); entre otros (Noval et al., 2017, p. 1-3).

Se aplican ampliamente debido a su biocompatibilidad, alta susceptibilidad magnética, estabilidad química, inocuidad, magnetización de alta saturación y bajo costo. La magnetita (Fe_3O_4), exhibe superparamagnetismo a medida que su tamaño se reduce en la región de dominio único a alrededor de 20 nm, que es una propiedad esencial para su uso en aplicaciones biomédicas, además demuestran características eléctricas y magnéticas distintivas como resultado de la transferencia de los iones Fe^{2+} a los iones Fe^{3+} (Ganapathe et al., 2020, pp. 1-2).

Las partículas de magnetita también son de interés en biotecnología para todo, desde la selección de células, por ejemplo, el seguimiento de células madre, la diferenciación y biodetección, a un agente de contraste de formación de imágenes por resonancia magnética (MRI) a la detección de fármacos. Los cristales de magnetita de tamaño nanométrico producidos microbianamente son minerales altamente ordenados y consistentes en tamaño y morfología, características que prestan estas partículas bien a aplicaciones nano y biotecnológicas (Onyenwoke y Wiegel, 2014, p. 2).

Tabla 4-1. Características de la magnetita

Fórmula química	Fe_3O_4
Clase	Óxido
Grupo	Espinela

Etimología	El nombre probablemente se deriva de la localidad de Magnesia, en Macedonia
Tipo de celda unitaria	Cúbica (espinela inversa)
Color	Negro
Brillo	Metálico
Densidad	5,2 g/cm ³
Óptica	Opaco, de color gris e isótropo
Magnetismo	Ferrimagnética
Forma de presentarse en la naturaleza	Frecuentemente en cristales octaédricos, raramente en dodecaédricos. Masivo o diseminado en agregados, gránulos compactos, también en arenas sueltas magnéticas

Fuente: (Noval et al., 2017, p. 44).

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

1.2.5. Quitosano

El quitosano es un biopolímero de aminopolisacárido natural, producido por la desacetilación de la quitina, que es el componente principal del exoesqueleto de los crustáceos, sepias y calamares. Está formado por unidades distribuidas aleatoriamente de β -(1-4) D-glucosamina (unidades desacetiladas) y N-acetil-D-glucosamina (unidad acetilada), su estructura molecular permite transformaciones químicas y mecánicas, de las cuales se pueden adquirir propiedades con perspectivas a nuevos avances enfocados en su gran mayoría a los biomateriales (Giraldo, 2015, p. 2).

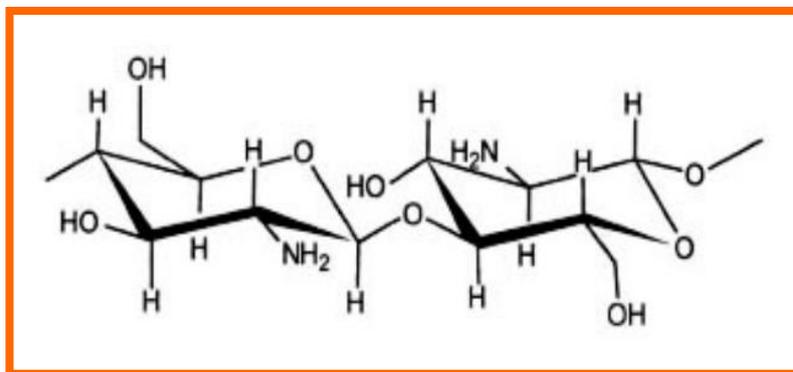


Figura 5-1. Estructura química del quitosano

Fuente: (Hidalgo, 2019, p. 6).

El quitosano, ha sido ampliamente estudiado debido a que exhibe propiedades fisicoquímicas únicas; biodegradabilidad, biocompatibilidad, bioadhesión, atoxicidad, inmunogenicidad, antiviral y biocida, además tiene capacidad antifúngica y quelante por obtenerse a partir de biomasa abundante y económica. Entre sus múltiples propiedades, también tiene actividad antimicrobiana, lo cual permite la estimulación epitelial promoviendo la curación de heridas; por lo tanto, es muy útil en la biomedicina. En el campo de la agricultura es utilizado como fertilizante; en los alimentos como estabilizador y espesante, los filmes de quitosano actúan como barrera al oxígeno y poseen actividad bactericida y fungicida contra algunos patógenos de frutos. En el tratamiento de aguas se utiliza como floculante, coagulante, en tratamientos de flotación para la remoción de aceites pesados en agua, como agente filtrante para piscinas y spas, sin embargo, por su carácter hidrofílico, el quitosano requiere la presencia de aditivos para generar o incrementar su hidrofobicidad, al tiempo en que se busca mejorar sus propiedades mecánicas, además es un buen intercambiador de iones, a su vez se utiliza como membranas adsorbentes de diversos contaminantes (Menchaca, 2018, p. 12).

La caracterización del quitosano se basa en dos parámetros fundamentales que son: el grado de desacetilación (GD) y el peso molecular, aunque también se encuentran otros que resultan de estos dos como la solubilidad y el grado de ionización. Tiene una variedad de ventajas en cuanto a su proceso debido a que es soluble en soluciones ácidas diluidas, entonces puede ser procesado como nanopartícula, compósito, nanofibra, gel, membrana o película (Giraldo, 2015, pp. 2-4).

Posee una densidad de carga elevada lo que hace que actúe como secuestrante de metales pesados y otros contaminantes debido a los grupos amino residuales. Sin embargo, tiene algunas características que limitan sus aplicaciones como sus propiedades térmicas, mecánicas y su elevada cristalinidad (Menchaca, 2018, p. 13).

1.2.6. Compósito magnetita-quitosano

La búsqueda minuciosa de nuevas aplicaciones ha requerido la síntesis de compósitos basados en quitosano y nanopartículas magnéticas como en este caso de estudio la magnetita. Un área fundamental para este compósito es la remediación medioambiental, gracias a sus propiedades adsorbentes de iones metálicos, colorantes orgánicos y las características magnéticas de la magnetita le dan características indispensables que ayudan a la degradación de contaminantes en sistemas acuosos. En general el método de preparación lleva a la síntesis del compósito que en su estructura posee un núcleo magnético (Fe_3O_4), envuelto en una matriz de quitosano o multinúcleos magnéticos dispersos en la matriz de quitosano (sistema matricial) (Menchaca, 2018, p. 13).

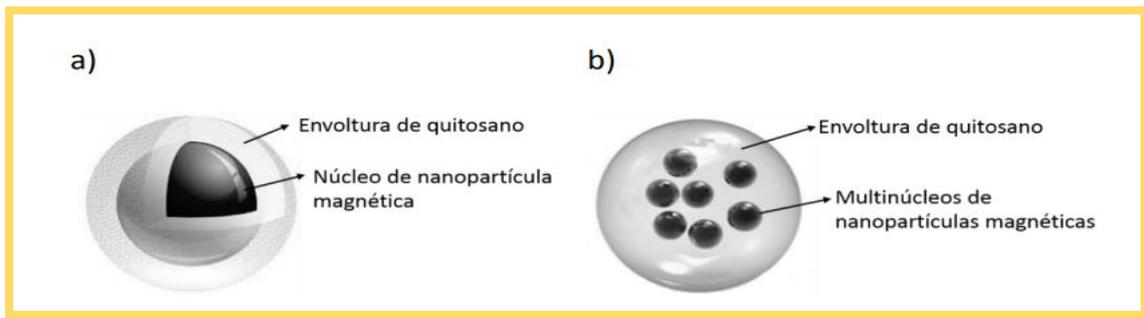


Figura 6-1. Esquema estructural de nanocompuestos magnéticos: a) núcleo envuelto en una matriz de quitosano; b) multinúcleos dispersos en la matriz de quitosano.

Fuente: (Menchaca, 2018, p. 14).

En el compuesto magnetita-quitosano, es importante que las nanopartículas tengan una gran estabilidad química y posean buenas propiedades magnéticas. La magnetita es indispensable debido a su alta magnetización de saturación. Adicionalmente este tipo de compósitos se han utilizado en la degradación de contaminantes orgánicos como el fenol, que ocasiona un problema medioambiental irreversible, por su presencia en sistemas acuáticos. Una de las ventajas de recubrir a la magnetita con quitosano es que reduce la oxidación y evita la aglomeración de las partículas (Menchaca, 2018, p. 14-15).

1.2.7. Método de coprecipitación

Sin duda, este método es uno de los más utilizados en cuanto a síntesis de nanopartículas magnéticas que se destaca por su baja temperatura de preparación, por su versatilidad e importancia para la producción a gran escala, el tamaño y las propiedades magnéticas mediante este método pueden ser distintas, dependiendo de la concentración de las sales precursoras, el pH, la temperatura del proceso de digestión de la muestra, la velocidad de agitación y la naturaleza de las sales empleadas. El método consiste en la precipitación en medio básico de las sales precursoras de los metales que componen las nanopartículas; en primer lugar, se inicia con las sales de los metales, que al mezclarse en agua forman los hidroxocuo y oxohidroxo complejos que forman dichos metales en solución acuosa. Estos últimos se condensan mediante puentes hidroxilos o puentes oxígeno entre los metales con la eliminación de agua (Menchaca, 2018, p. 4).

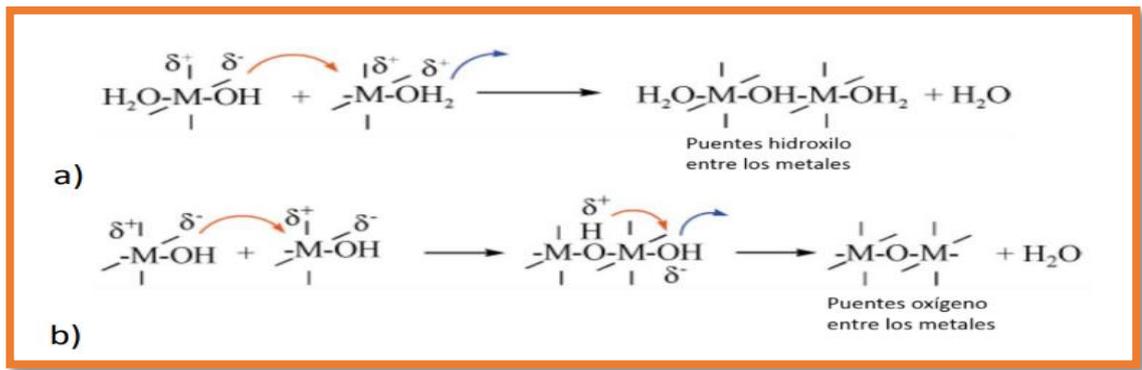


Figura 7-1. a) Mecanismo de condensación de complejos hidroxilados; b) Mecanismo de condensación de complejos oxohidroxo

Fuente: (Menchaca, 2018, p. 5).

Una ventaja esencial en el método de coprecipitación es que se puede sintetizar una gran cantidad del material. El proceso ocurre en dos etapas: La primera es una acelerada nucleación en donde la concentración de los componentes alcanza la sobresaturación; en la segunda estos núcleos formados crecen uniformemente a través de difusión de las especies hacia la superficie de la partícula hasta que llegue al tamaño final. Se obtienen partículas más pequeñas si la velocidad de nucleación es mayor que la velocidad de crecimiento de las partículas (Menchaca, 2018, p. 6).

1.2.8. *Fotocatálisis*

La fotocatalisis, es una reacción fotoquímica que transforma la energía solar en energía química mediante la superficie de un catalizador con un material semiconductor que ayuda a acelerar la velocidad de reacción, durante este proceso ocurren reacciones de oxidación y reducción. Los tratamientos fotocatalíticos empiezan con el principio de descontaminar la naturaleza, es decir, se basa en proporcionar energía a los contaminantes en forma de radiación, la cual es absorbida por las moléculas de los contaminantes. Este proceso ocurre mediante luz ultravioleta para la degradación de compuestos orgánicos (Bermejo, 2018, pp. 6-7).

Wilhelm Ostwald define a un catalizador como un elemento que ayuda a acelerar la velocidad de la reacción a la que se adiciona. El fotocatalizador funciona de una manera similar a los catalizadores.

El método fotocatalítico que ayuda a la degradación de contaminantes que se encuentran en medios acuosos, consiste en brindar energía a los compuestos químicos, dicha radiación es absorbida por las moléculas hasta llegar al estado de excitación en un cierto tiempo. Los radicales libres se generan por transferencia de electrones desde el estado de excitación de la molécula orgánica hacia el O_2 molecular, dando lugar al radical superóxido (O_2^-) o hacia otros reactivos

químicos como el ozono o el peróxido de hidrógeno (H_2O_2), en este caso producen radicales hidroxilo ($OH\cdot$). También se puede emplear el método que consiste en la aplicación de radiación ultravioleta (UV) debido a la mayor cantidad de energía de sus fotones; por lo tanto, la fotocatalisis es uno de los mejores procesos para realizar tratamiento de aguas, las reacciones fotocatalíticas pueden ser homogéneas u heterogéneas (Gómez y Chacón, 2014, pp. 20-21).

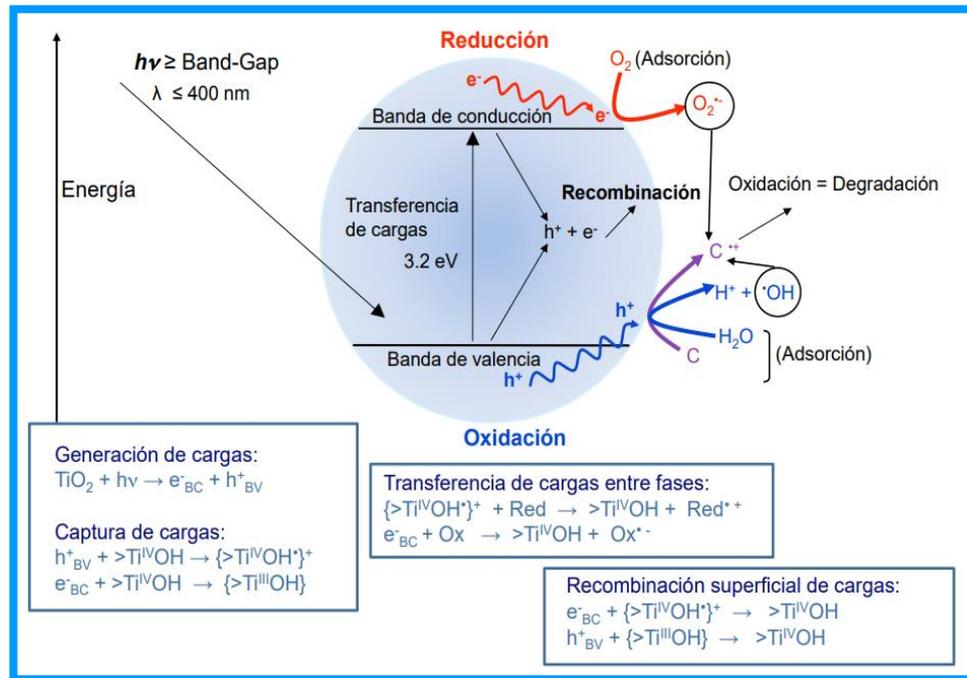


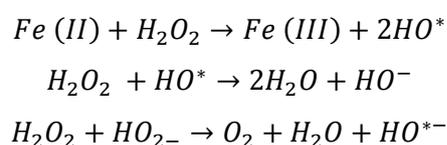
Figura 8-1. Esquema del proceso fotocatalítico en una partícula de semiconductor

Fuente: (Faraldos, p. 9).

1.2.8.1. Fotocatálisis Homogénea

En esta fase los fotones se absorben, lo cual conlleva que el contaminante y la luz pueden conducir a la modificación química del sustrato. Este proceso inicia cuando se demuestra que el peróxido de hidrógeno (H_2O_2) es activado por las sales de hierro (Fe), para oxidar ácido tartárico (Gómez et al., 2014, p. 21). A continuación, se describe los principales procesos homogéneos:

- Fenton (Catalizador Fe^{2+} y peróxido de hidrógeno H_2O_2): La interrelación entre el peróxido de hidrógeno y las sales de hierro surge desde el conocimiento del reactivo de Fenton; en el cual una sal de hierro genera radicales libres gracias a la interacción del peróxido de hidrógeno como se representa en la siguiente ecuación:



La generación de radicales se determina por Fe (II) con el peróxido de hidrógeno; por lo cual, tiene varias limitantes como: la velocidad de reacción es muy baja, reduce la velocidad de oxidación, uno de los parámetros importantes es el pH que se encuentra en el intervalo óptimo de 3-6 (Gómez et al., 2014, pp. 21-22).

- **Foto-Fenton (Catalizador Fe^{2+} , peróxido de hidrógeno H_2O_2 y fuente de luz ultravioleta UV):** Se realiza un tratamiento homogéneo catalítico el cual produce radicales hidroxilo por medio del reactivo de Fenton ($Fe^{2+} + H_2O_2$), es un método óptimo de degradación ya que ocurre una reacción rápida en la eliminación del contaminante orgánico mediante una fuente de luz ultravioleta (longitudes de onda mayores a 300 nm), cumpliendo dichos parámetros conlleva a la fotólisis de los complejos Fe (III), lo cual da lugar a la regeneración de la forma reducida del catalizador favoreciendo el ciclo catalítico, además es una técnica económica (Gómez et al., 2014, p. 22).

1.2.8.2. Fotocatálisis Heterogénea

Cumple con el objetivo de absorber directa e indirectamente de energía radiante (visible o UV) mediante un sólido (el fotocatalizador heterogéneo por lo general es un semiconductor de banda ancha). Entre el sólido y la solución ocurren reacciones de eliminación de contaminantes y el catalizador no pasa por cambio químico alguno; en cuanto a la excitación del medio conductor ocurre por dos fases las cuales son directa e inicial. La fotocatálisis heterogénea con dióxido de titanio (TiO_2) utilizado como catalizador, el cual evita la formación de compuestos halogenados como cloros, bromos, yodos, entre otros, actúa sobre bacterias y microorganismos (Faraldos, p. 22).

1.2.8.3. Elementos necesarios para la fotocatálisis

- **Fotocatalizador:** Es indispensable contar con un fotocatalizador para que tenga lugar la fotocatálisis, los compuestos fotocatalizadores tienen un excelente potencial oxidante, por lo tanto, ayudan a mineralizar y neutralizar los contaminantes.
- **Oxidante:** El oxígeno ayuda a que el fotocatalizador se oxide y reciba electrones.
- **Suministrador de electrones:** El grupo OH es el que aporta electrones en la reacción lo cual favorece la oxidación de los contaminantes eliminados.
- **Radiación:** La aplicación de luz ultravioleta puede producirse a través del sol o con luz artificial. El fotocatalizador será excitado al absorber la luz UV, con una longitud de onda mayor a 310 nm, esto ayuda a acelerar la reacción química de la fotocatálisis (Bermejo, 2018, pp. 7-8).

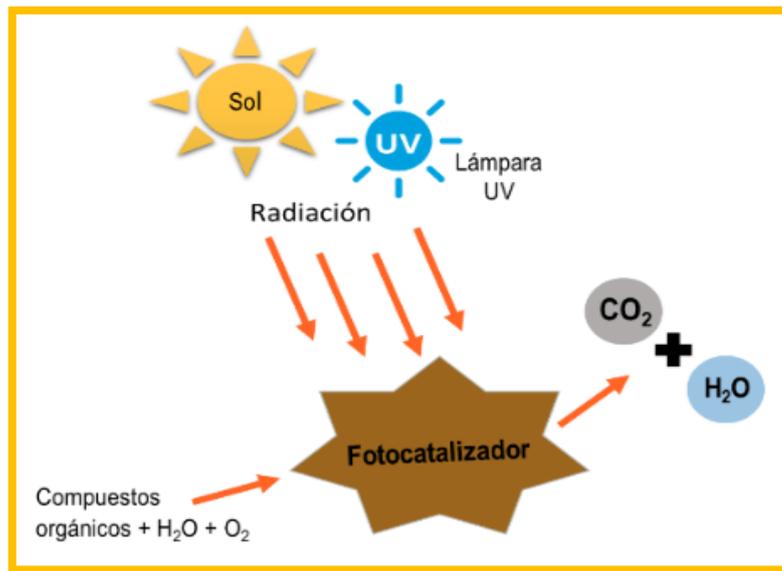


Figura 9-1. Proceso de fotocatalisis

Fuente: (Bermejo, 2018)

1.2.8.4. Tratamiento Fotocatalítico para la eliminación de contaminantes orgánico en medios acuosos

El proceso fotocatalítico se lleva a cabo gracias a las variables propias del catalizador (propiedades ópticas, tamaño de partícula hidrodinámico, punto isoelectrico, superficie específica) o del proceso (pH, optimización de concentración del catalizador, carga inicial del contaminante, caudal del oxidante, etc.). La fase de fotooxidación surge por mecanismo directo debido a que necesita una elevada adsorción del contaminante a la superficie del catalizador, representa una cinética de primer orden o indirecta a través de la formación del radical hidroxilo, este no requiere de adsorción además tiene una cinética de orden cero.

El tratamiento de efluentes naturales puede cambiar el comportamiento del proceso fotocatalítico ya que ocurre la presencia de iones en el medio de reacción que da lugar a cambios de pH, fuerza iónica, agregación del fotocatalizador; entre otros (Faraldos, p. 10).

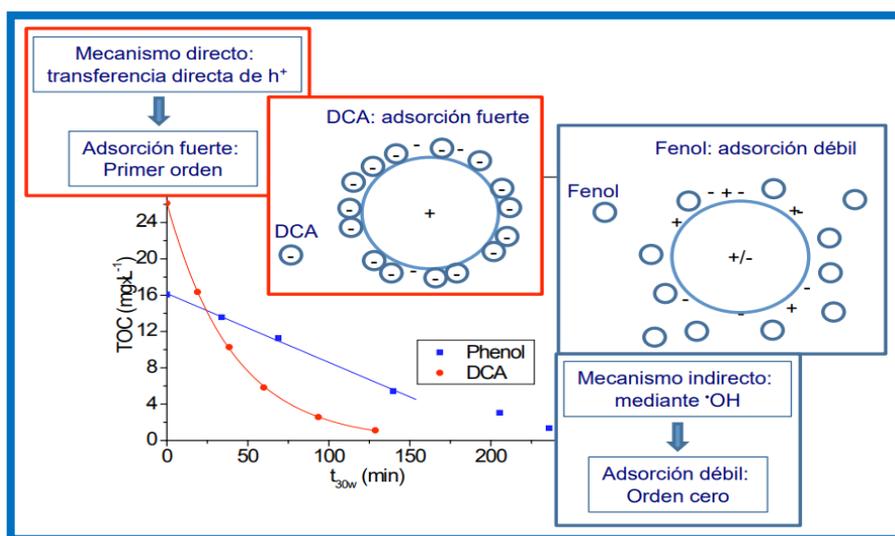


Figura 10-1. Características del mecanismo directo e indirecto en la fotocatalisis

Fuente: (Faraldos, p. 10)

1.2.9. Proceso Oxidación-Reducción

Las reacciones de oxidación-reducción (REDOX), son aquellas en donde se transfieren electrones. La especie que pierde los electrones se oxida y la que los gana se reduce, se denomina reductor a la especie que cede los electrones y oxidante a la que capta los electrones.

Los procesos de oxidación avanzada producen radicales hidroxilos (OH•), dicha especie es altamente oxidante (potencial de oxidación 2.8 V), al ser oxidantes fuertemente energéticos, pueden oxidar compuestos orgánicos por aislamiento de hidrógeno y adición electrofílica a enlaces dobles generándose radicales libres (R•) los cuales reaccionan con moléculas de O₂ formando un peroxiradical comenzando una cadena de reacciones de degradación oxidativa que conllevan a la completa mineralización del contaminante. De igual manera, los radicales hidroxilos pueden atacar al anillo aromático en posiciones ocupadas por un halógeno (Gómez et al., 2014, p. 20).

CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO

2.1. Hipótesis y variables

2.1.1. *Hipótesis General*

- Se obtendrá una alta eficiencia degradativa de las aguas contaminadas con fenol utilizando el compósito magnetita-quitosano.

2.1.2. *Hipótesis Específicas*

- Por medio de la Espectroscopia UV-Visible se realizará estudios de la degradación del fenol en soluciones acuosas sintéticas sometidas a diferentes condiciones experimentales.
- Se verificará la acomplejación de las sustancias precursoras mediante la caracterización del compósito magnetita-quitosano.
- El diseño de un fotorreactor con una fuente continua de radiación ultravioleta, determinará la influencia de la luz en la degradación del contaminante.

2.2. Identificación de variables

2.2.1. *Variable Independiente*

- Temperatura de reacción
- Dosis de magnetita-quitosano
- Dosis de Peróxido de Hidrógeno (H_2O_2)
- pH de la solución
- Fuente de luz

2.2.2. *Variable Dependiente*

- Concentración del fenol

2.3. Operacionalización de variables

Tabla 1-2. Operacionalización de variables

VARIABLE	TIPO DE VARIABLE	CONCEPTO	UNIDAD DE MEDIDA	INDICADOR	INSTRUMENTO
Temperatura de reacción	Independiente	Magnitud escalar, que mide la cantidad de energía térmica, aplicada a cada tratamiento	°C	Lectura del instrumento de medida	Termómetro
Dosis de magnetita-quitosano	Independiente	Indica la proporción medida para el estudio	ml	Lectura del instrumento utilizado	Pipeta graduada
Dosis de Peróxido de Hidrógeno (H_2O_2)	Independiente	Indica la proporción medida para el estudio	ml	Lectura del instrumento utilizado	Pipeta graduada
pH de la solución	Independiente	Indica la cantidad de iones de hidrógeno presentes en la solución alcalina o ácida	-	Lectura del instrumento de medida	pH-metro

Fuente de luz	Independiente	Emita luz visible y actúa como catalizador para la degradación del fenol	-	-	Luz ultravioleta artificial
Concentración de fenol	Dependiente	Cantidad de fenol disuelta en la solución	ppm	Analíticamente mediante cálculo	-

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

2.4. Matriz de consistencia

Tabla 2-2. Matriz de consistencia

TEMA: Evaluación de la eficiencia degradativa de aguas contaminadas con fenol empleando el compósito magnetita-quitosano		
Problema general	Objetivo general	Hipótesis general
¿Se podrá degradar fenol empleando el compósito magnetita-quitosano?	Evaluar la eficiencia degradativa de aguas contaminadas con fenol para su mineralización empleando el compósito magnetita-quitosano	Se obtendrá una alta eficiencia degradativa de las aguas que se encuentran contaminadas con fenol mediante la utilización del compósito magnetita-quitosano

Problema específico	Objetivos específicos	Hipótesis específicas	Variables específicas	Método de análisis
¿A qué condiciones experimentales se realizarán los estudios de la degradación del fenol en las soluciones acuosas sintéticas?	Realizar estudios de la degradación del fenol en soluciones acuosas sintéticas a diferentes condiciones experimentales utilizando espectrofotometría UV-Visible	Por medio de la Espectroscopia UV-Visible se realizará estudios de la degradación del fenol en soluciones acuosas sintéticas sometidas a diferentes condiciones experimentales.	Concentración del fenol	Espectrofotómetro UV Visible

<p>¿Cómo se caracterizarán las muestras del compuesto para verificar la acomplejación de las sustancias precursoras?</p>	<p>Caracterizar las muestras del compuesto para verificar la acomplejación de las sustancias precursoras</p>	<p>Se verificará la acomplejación de las sustancias precursoras mediante la caracterización del compuesto magnetita-quitosano.</p>	<p>Dosis de magnetita-quitosano</p>	<p>Espectrofotómetro Infrarrojo</p>
<p>¿Será posible diseñar un fotorreactor con una fuente continua de radiación ultravioleta para determinar la influencia de la luz en la degradación del contaminante?</p>	<p>Diseñar un fotorreactor con una fuente continua de radiación ultravioleta para determinar la influencia de la luz en la degradación del contaminante</p>	<p>El diseño de un fotorreactor con una fuente continua de radiación ultravioleta, determinará la influencia de la luz en la degradación del contaminante.</p>	<p>Fuente de luz</p>	<p>Lámpara Ultravioleta</p>

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

2.5. Tipo y diseño de investigación

2.5.1. Tipo de investigación

2.5.1.1. Experimental

La presente investigación es de tipo experimental ya que se trabaja con variables, las cuales se manipulan para realizar las experimentaciones que ayudarán a la degradación del fenol y de acuerdo a lo anterior, aceptar o rechazar las hipótesis planteadas.

2.5.2. Diseño de investigación

El diseño experimental se aplica para la degradación de aguas contaminadas con fenol empleando el compósito magnetita-quitosano. En primer lugar, se desea establecer las condiciones idóneas para degradar fenol, para lo cual se plantearon las siguientes variables:

- (A) Dosis de magnetita-quitosano (0.5, 1, 1.5, 2 ml)
- (B) Concentración de pH (3, 4, 5, 6)
- (C) Estudio de fuentes de luz ultravioleta
- (D) Estudio del peróxido de hidrógeno (H_2O_2)

De la conjugación de estas variables se obtienen 40 experimentos, donde se mantiene constante la concentración del fenol (50 ppm), la temperatura de reacción (aproximadamente 100°C). En la siguiente tabla se explica a detalle los experimentos realizados:

Tabla 3-2. Diseño experimental de la investigación

TIEMPO DE REACCIÓN	VARIABLES O FACTORES	NIVELES	RESPUESTA
50	Concentración	0,5	% de fenol degradado
		1	
		1,5	
		2	
	pH	3	
		4	
		5	
		6	
	Estudio	Luz UV	
		H2O2	
100	Concentración	0,5	
		1	

	pH	1,5	
		2	
		3	
		4	
		5	
		6	
	Estudio	Luz UV	
		H2O2	
150	Concentración	0,5	
		1	
		1,5	
		2	
	pH	3	
		4	
		5	
		6	
Estudio	Luz UV		
	H2O2		
200	Concentración	0,5	
		1	
		1,5	
		2	
	pH	3	
		4	
		5	
		6	
Estudio	Luz UV		
	H2O2		

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

2.6. Unidad de análisis

La concentración del fenol. A esta unidad de análisis se le determina sus características en el espectrofotómetro de infrarrojo determinando sus grupos funcionales, además de analizar las absorbancias de cada muestra en el espectrofotómetro UV-visible.

2.7. Población de estudio

La población de estudio es el fenol, ya que se busca degradar las aguas contaminadas con fenol para tener una alternativa de descontaminación en sistemas acuíferos de este potencial contaminante que es muy utilizado en una variedad de industrias.

2.8. Tamaño de la muestra

Para la preparación de la solución madre se utilizaron 0,0631g de fenol a partir de la cual se prepararon soluciones a concentraciones de 50 y 500 ppm de fenol.

2.9. Selección de la muestra

La muestra de estudio es no probabilística debido a que se desconoce la cantidad que se va a degradar de fenol.

2.10. Etapas de la investigación

2.10.1. Síntesis de la magnetita

En la balanza electrónica, se pesa 0,8993 g de Cloruro Férrico Hexahidratado ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$), 0,4496 g de Sulfito de Sodio (Na_2SO_3) y se mezcla homogéneamente con 36 ml de agua destilada posteriormente se coloca tapando con papel aluminio en el termoagitador magnético por un lapso de 30 minutos, faltando 10 minutos se coloca un termómetro para controlar que la temperatura se mantenga en 60°C. Una vez transcurrido ese tiempo, adicionar gota a gota 1,80 ml de Ácido Oleico durante 10 minutos, teniendo en cuenta que no debe superar los 60°C, en el caso que sobrepase se baja un poco la temperatura para mantener en 60°C. Preparar una solución con 300 ml de agua destilada y 9,6 g de NaOH esto adicionar a la solución durante 30 minutos y a la máxima agitación (1500 RPM). Al transcurrir los 30 minutos, se deja por 30 minutos más a temperatura ambiente. Una vez finalizada la síntesis, con la ayuda de un imán de neodimio se saca el magneto e inmediatamente colocar el ferrofluido en dos vasos de precipitación en partes iguales y esperar a que enfríe para proceder con la purificación (Toala, 2019, p. 44).



Figura 1-2: a) Proceso inicial de la síntesis de la magnetita b) Proceso final.

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

2.10.2. Purificación de la magnetita

Una vez enfriado el ferrofluido, se coloca debajo de cada vaso de precipitación un imán de neodimio ya que este tipo de imanes tiene el campo magnético fuerte lo que permite que la precipitación de las NPMs sea más rápida. Se deja que precipiten las nanopartículas magnéticas y con una pipeta Pasteur se procede a retirar el líquido sobrenadante y colocar en el recipiente dispuesto para residuos, después se realiza la purificación; en donde se añade la parte correspondiente de etanol al 96% al ferrofluido y se espera hasta que las NPMs precipiten nuevamente; es recomendable adicionar etanol dos veces para una mejor purificación. Retirar el excedente de agua con una pipeta Pasteur cuidadosamente para evitar que se pierdan lo menos posible nanopartículas magnéticas, luego se agrega en una relación 1:1 de agua destilada, repetir este paso máximo tres veces para evitar que baje demasiado el pH y se aglomeren las partículas. Colocar debajo los imanes de neodimio y esperar a que precipiten de nuevo las nanopartículas de magnetita, con la pipeta Pasteur, retirar el exceso de agua procurando no perder nanopartículas. Finalmente se pesa en la balanza analítica la magnetita obtenida y por cada gramo de magnetita se agrega un 1 ml de agua en proporción 1:1 (Toala, 2019, p. 45).



Figura 2-2: a) Purificación de magnetita con agua destilada y etanol b) Magnetita purificada
Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

2.10.3. Dilución del Quitosano

Después de realizar la purificación de la magnetita, se procede con la dilución del quitosano (pureza comercial del quitosano \geq al 75%) para lo cual se mezcla 0,1 g de quitosano en 20 ml de ácido acético al 4% y se coloca en un termoagitador magnético durante 10 horas.

Finalmente se añadió la solución acética de quitosano con la solución de magnetita en una relación 1:1 y se colocó en un agitador magnético a temperatura ambiente.



Figura 3-2. Dilución del quitosano

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

2.10.4. Elaboración de la curva de calibración

Para elaborar la curva de calibración primero se programó el espectrofotómetro UV-visible con la longitud de onda del fenol y se realiza las lecturas de las absorbancias a las concentraciones de: 10, 20, 30, 40 y 50 ppm, cada una se hace por triplicado.

2.10.5. Estudio de degradación fotocatalítica



Figura 4-2: a) Diseño del fotorreactor con fuente continua de radiación UV

b) Inicio de la reacción

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

Para la elaboración del fotorreactor se necesita una cabina hecha de vidrio oscuro que se encuentre descubierta en la parte frontal, dentro de esta cabina en la parte superior se encuentra una lámpara

de luz ultravioleta de 365 nm de longitud de onda fija que trabaja con una carga eléctrica de 110 voltios. En la parte inferior se ubica un termoagitador magnético en donde se coloca el matraz Erlenmeyer que se encuentra cubierto completamente con papel aluminio con la finalidad de que la luz ultravioleta tenga total influencia sobre las muestras.

2.10.6. Cinética de la reacción

Se tomaron 200 ml de la solución madre, a esto se adiciona 0,5 ml del compuesto magnetita-quitosano, se enciende el termoagitador magnético y se deja en agitación por 5 minutos. Con la ayuda de un pH-metro portátil se midió el pH cuyo valor fue 7,18 que se aproxima a pH neutro e inmediatamente se subió la temperatura del agitador al máximo (T_{max} alcanzada = $100^{\circ}C$) y se agregaron 0,2 ml de Peróxido de Hidrógeno (6 gotas), se encendió el cronómetro y se recolectaron muestras cada 20 minutos hasta los 280 minutos, en cada muestra se adicionó 1 gota de Dióxido de Manganeso (MnO_2) e Hidróxido de Sodio (NaOH) ambas preparadas a 0,1 M. Se dejó en reposo con imanes de neodimio para ayudar a la precipitación de las partículas de magnetita-quitosano durante 48 horas, posterior a ello se midió las absorbancias en el espectrofotómetro UV Visible (Thermo Scientific), con una celda de cuarzo.

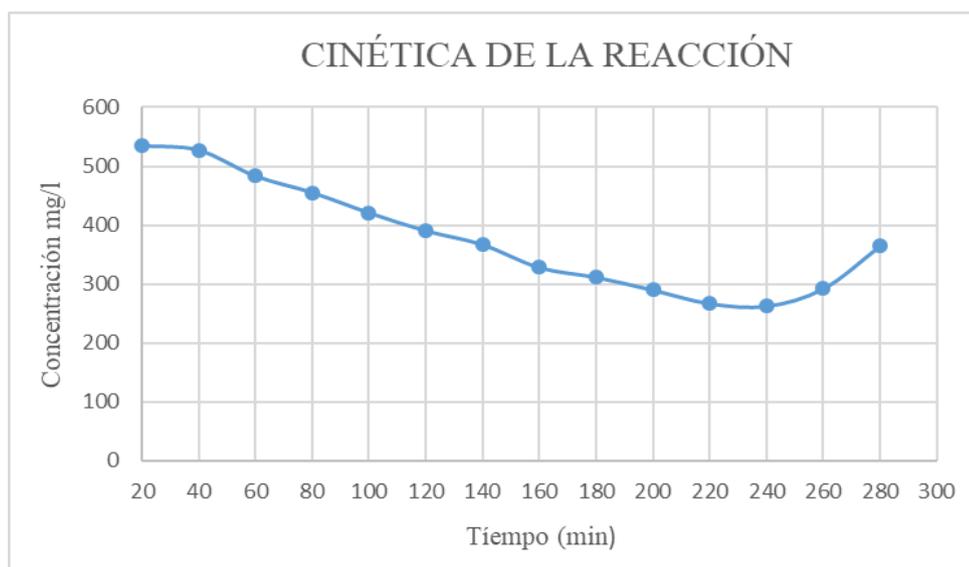


Gráfico 3-1. Cinética de la reacción

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

En el gráfico 3-1. Se estudió la cinética de la reacción en donde se determinó el tiempo máximo en el cual se alcanzó el equilibrio de degradación, se observa que a partir de los 200 minutos prácticamente no disminuye la concentración y se mantiene constante; por lo tanto, el tiempo máximo de equilibrio es 200 minutos.

2.10.6.1. *Dosis de magnetita-quitosano*

Se trabajó con las siguientes concentraciones: 0.5, 1, 1.5, 2 para lo cual se siguió el mismo procedimiento con cada una. Se tomaron 200 ml de la solución madre y se adicionó 1 ml (en los posteriores experimentos se trabajó con 1,5 y 2 ml) de magnetita-quitosano esto se dejó agitar en el termoagitador magnético durante 5 minutos hasta que se mezcle bien. Para medir el pH de la solución, se utilizó un pH-metro portátil, se lavó el electrodo con agua destilada y se midió el pH dando un valor de 7,01 que se aproxima a neutro. Se subió la temperatura del agitador al máximo e inmediatamente se adicionó 0,2 ml de Peróxido de Hidrógeno (H_2O_2). Después se tomó muestras cada 50 minutos hasta los 200 minutos, apenas se tomaba cada muestra se agregaba 1 gota de Dióxido de Manganeso (MnO_2) e Hidróxido de Sodio (NaOH). Se dejó separar mediante imanes de neodimio durante 20 horas, posterior a ello se midió las absorbancias en el espectrofotómetro UV Visible (Thermo Scientific), con una celda de cuarzo.



Figura 5-2. Preparación de la solución del compuesto magnetita-quitosano

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

2.10.6.2. *Variación de pH*

Se realizaron 4 experimentos con pH de 3, 4, 5 y 6; en cada experimento se realizó el mismo procedimiento. Se toma 200 ml de la solución madre previamente preparada, se adiciona 1 ml del compuesto magnetita-quitosano que se lleva a agitación en el termoagitador magnético por 5 minutos para que se integren las NPMs en la solución. Posteriormente se mide el pH (3.18, 4.28, 5.04 y 6.03 respectivamente) una vez estabilizado el pH en cada experimento, se eleva al máximo

la temperatura del agitador y se agrega 0,2 ml de H_2O_2 y se toman muestras cada 50 minutos hasta los 200 minutos; a cada muestra se le agrega una gota de MnO_2 e NaOH. Finalmente se deja con imanes de neodimio durante 20 horas para posteriormente medir las absorbancias.



Figura 6-2. Muestras de variación del pH con imanes de neodimio en la base.

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

2.10.6.3. *Estudio del Peróxido de Hidrógeno (H_2O_2)*

El procedimiento se repite tomando 200 ml de la solución madre, esto se llevó a agitación elevando al máximo la temperatura, sin adicionar H_2O_2 con 1 ml del compuesto y pH = 6. Se tomaron 4 muestras cada 50 minutos, en cada muestra se agregó una gota de MnO_2 y NaOH para finalmente dejar reposar por 20 horas y medir las absorbancias respectivas.



Figura 7-2. Ausencia de Peróxido de Hidrógeno

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

2.10.6.4. *Estudio de Fuentes de Luz Ultravioleta*

- Fuente natural

Se tomaron 200 ml de la solución madre, a esto se agrega 1 ml de magnetita-quitosano, se comprueba que el pH se encuentre a 6 y se agrega 0,2 ml de H_2O_2 , se lleva al termoagitador

magnético, en este experimento no se enciende la lámpara ultravioleta y se lleva a cabo el experimento tomando muestras cada 50 minutos hasta los 200 minutos. Finalmente se agrega una gota de MnO_2 y NaOH y se deja reposar para que se separen las partículas de magnetita-quitosano por un lapso de 20 horas para medir las absorbancias sin interferencias de nanopartículas.



Figura 8-2. Experimento en ausencia de luz UV

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

- Fuente artificial

Se utilizó una lámpara de luz ultravioleta de 365 nm de longitud de onda a una separación máxima de 10 cm para que las penetraciones de las longitudes de onda sean suficientes en el líquido.

2.10.7. Aplicación de las condiciones óptimas del proceso a una concentración de fenol a 500 ppm

Una vez realizados los experimentos planteados en el diseño experimental y determinando las condiciones idóneas, se procede a preparar la solución a 500 ppm de concentración de fenol.

La solución se lleva al termoagitador magnético y se somete a las condiciones idóneas tomando muestras cada 50 minutos hasta los 200 minutos. Las muestras tomadas, se dejan en reposo durante 19 horas con imanes de neodimio, después de ese tiempo las partículas de magnetita-quitosano ya han precipitado y finalmente se miden las absorbancias.

2.11. Técnicas de recolección de datos

2.11.1. Determinación de grupos funcionales mediante espectroscopia de infrarrojo

La espectroscopia infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), es una técnica de caracterización que es de gran utilidad para estudiar la composición química, además de los

enlaces que presentan las muestras, así como las vibraciones características de la región infrarroja del espectro electromagnético (Chimbo y Cruz, 2015, p. 32).

Se utiliza el Espectrofotómetro de Infrarrojo (IR JASCO, FT/IR-4100) para la determinación de grupos funcionales de la magnetita-quitosano y el fenol, posteriormente se identificaron las vibraciones más importantes presentes en las gráficas de acuerdo a las longitudes de onda.

2.11.2. Seguimiento de la concentración del fenol a través de Espectroscopia UV-visible

La espectroscopia UV-visible nos ayuda a la caracterización basada en el fenómeno de absorción de las moléculas las cuales tienen transiciones electrónicas, es decir los electrones pasan de un nivel de energía a otro, esto se logra mediante la radiación electromagnética (luz), de las regiones ultravioleta y visible del espectro electromagnético (Toala, 2019, p. 32).

Las muestras fueron analizadas en el espectrofotómetro (Thermo Electron, Helios B UV-visible) con una celda de cuarzo, la cual se enjuagó con agua destilada previo al análisis. Para realizar las lecturas se debe tener un blanco para formar la línea base o fondo de la muestra, para ello se utilizó 4 ml de agua destilada para lograr que la lectura del equipo sea únicamente de las muestras sin interferencias. A continuación, se realizó un barrido para conocer a que longitud de onda se detecta fenol, es decir, se obtiene su espectro de absorción que es la longitud de onda a la cual el fenol absorbe una mayor cantidad de radiación.

Se tomó 1 ml de la solución madre de fenol y se aforó a 10 ml. Posteriormente para realizar el barrido, se tomó como blanco agua destilada, después se hizo la lectura, dando una longitud de 270 nm con la que se trabajó en la investigación.

CAPÍTULO III

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Análisis de Resultados

3.1.1. Caracterización del agua contaminada con fenol

3.1.1.1. Determinación de propiedades físicas y químicas

Tabla 1-3. Determinación de propiedades físicas y químicas

PARÁMETRO	RESULTADO
pH	7,18
Densidad	0,0002524 g/ml
Olor	Dulce, agudo
Color	Cristalino
Contenido de fenol	0,0631 g

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

Es importante mencionar que el contenido de fenol que se utiliza es 0,0631 g con una concentración de 50 mg/L misma que se va a evaluar su degradación al utilizar el compósito magnetita-quitosano. Este valor coincide con el reportado por Wei et al. (2017, p. 6), en donde las diluciones se agitaron vigorosamente durante 60 minutos y en intervalos de tiempo seleccionados, han recolectado 2 ml de muestra mientras que en la presente investigación se determinó el tiempo de equilibrio que fue 200 minutos; por lo tanto se tomó 10 ml de muestra cada 50 minutos. Al añadir peróxido de hidrógeno al reactor, inició la reacción Fenton del fenol.

3.1.1.2. Espectroscopia de Infrarrojo del fenol

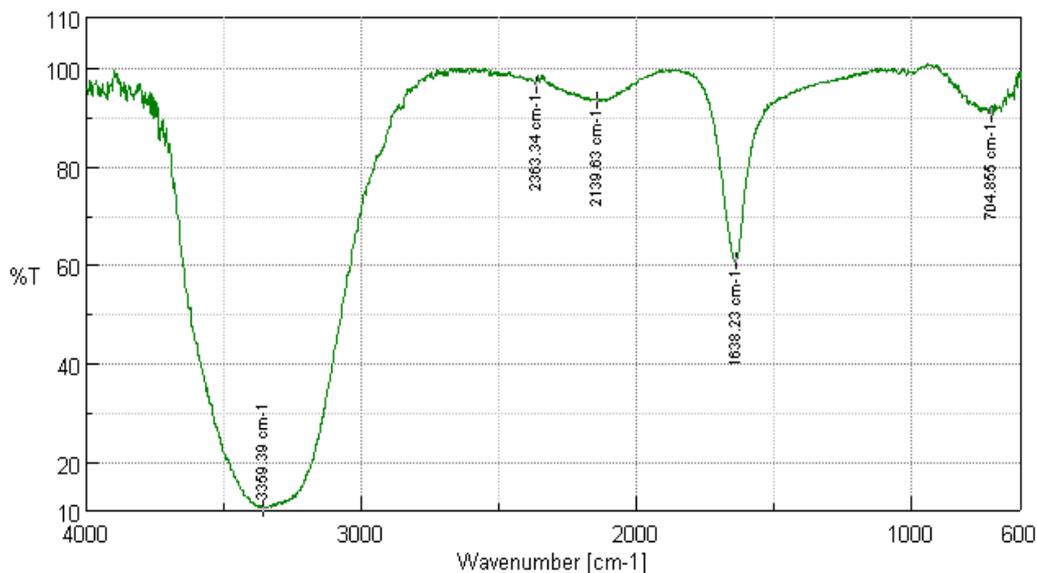


Gráfico 1-3. Espectro infrarrojo muestra fenol

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

Al analizar el espectro obtenido mediante espectroscopia de infrarrojo del fenol, se puede diferenciar claramente una banda amplia y pronunciada de 3359.39 cm^{-1} que representa el grupo O-H que es característico del fenol.

Los picos de 2363.34 y 2139.63 cm^{-1} corresponden a los enlaces C-H de los grupos alifáticos. Aparece un pico de 1638.23 cm^{-1} que es ligeramente pronunciado, representa el estiramiento H-O-H de la molécula de agua que se encuentra presente en la muestra.

Finalmente se observa un pico de 704.855 cm^{-1} , correspondiente a la presencia del enlace -OH en el anillo aromático, propio de la estructura química del fenol (Shurvell, 2006, pp. 9-12).

3.1.2. Caracterización del compuesto magnetita-quitosano

3.1.2.1. Espectroscopia de Infrarrojo

A continuación, se presenta el análisis de los espectros del compuesto magnetita-quitosano que se obtienen de la espectroscopia de infrarrojo.

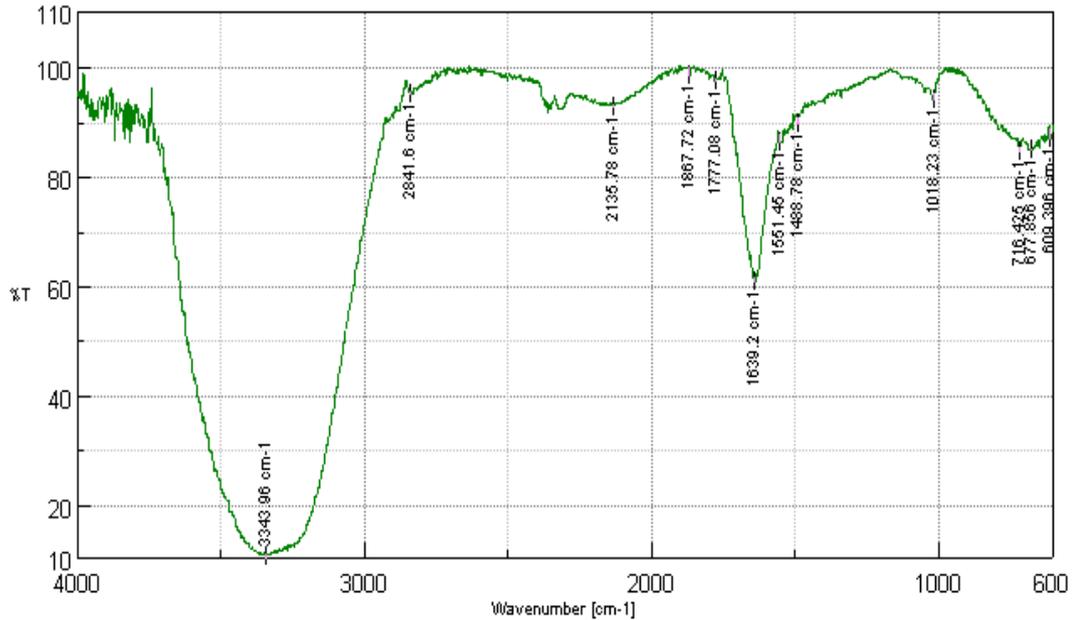


Gráfico 2-3. Espectro infrarrojo muestra magnetita-quitosano

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

En el gráfico 1-3, se puede observar un espectro propio del compuesto magnetita-quitosano, se observa una banda prolongada e intensa de 3343.96 cm^{-1} que corresponde a la vibración del grupo hidroxilo (O-H); el pico 2841.6 cm^{-1} es característico del estiramiento simétrico y anti simétrico de los enlaces C-H, que representa a los grupos CH_3 y CH_2 en compuestos alifáticos.

El pico ubicado a 2135.78 cm^{-1} el cual se produce por resonancia de Fermi en los grupos aldehídos, seguido se encuentran las bandas 1867.72 cm^{-1} y 1777.08 cm^{-1} que corresponden al estiramiento C=O.

Se visualiza un pico pronunciado de 1639.2 cm^{-1} que simboliza el estiramiento C=C, las vibraciones 1551.46 cm^{-1} y 1488.78 cm^{-1} representan la deformación NH_3 en aminoácidos. Después aparece el pico 1018.23 cm^{-1} que ocurre porque indica las vibraciones que corresponden a los grupos CH-OH en alcoholes cíclicos, 716.425 cm^{-1} , es la vibración producida por estiramiento de los alcoholes primarios (C-O).

En el trabajo de (Toala, 2019, p. 53) menciona que los picos 677.856 cm^{-1} y 609.396 cm^{-1} son producidos debido al estiramiento de Hematita (Fe-O-Fe) que es la forma mineral del óxido férrico que en otras palabras representa a la magnetita.

3.1.3. Cinética de la reacción

Una vez realizada la parte experimental que consistió en la degradación de las aguas contaminadas con fenol mediante la utilización del compuesto magnetita-quitosano, se obtuvieron los siguientes resultados.

3.1.3.1. Curva de Calibración

En esta investigación se realizó la curva de calibración del fenol con la finalidad de encontrar la ecuación de la recta que sirve para determinar la concentración de fenol y a partir de ese valor se obtiene el porcentaje de degradación del mismo; para ello se empleó el espectrofotómetro UV-visible a una longitud de onda de 270 nm (correspondiente al fenol) para conocer las lecturas de las absorbancias con las siguientes concentraciones: 10, 20, 30, 40, 50 ppm, cada una se lo realizó por triplicado y a los siguientes tiempos: 2, 4, 6, 8, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 120 minutos.

Tabla 2-3. Datos para la curva de calibración

CONCENTRACIÓN (ppm)	ABSORBANCIA MEDIA
10	0,1600
20	0,3230
30	0,4733
40	0,6373
50	0,7893

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

En la Tabla 3-3 se muestran las lecturas de las absorbancias medias obtenidas para cada concentración, a partir de las cuales se realiza un análisis de regresión de los mínimos cuadrados en donde se obtiene la curva de calibración, la ecuación de la recta y el coeficiente de correlación lineal que fue de 0.9998, mismo que está muy cerca de su valor ideal de 1, lo que indica una alta pertinencia o dependencia lineal entre la concentración y la respuesta obtenida (absorbancia).

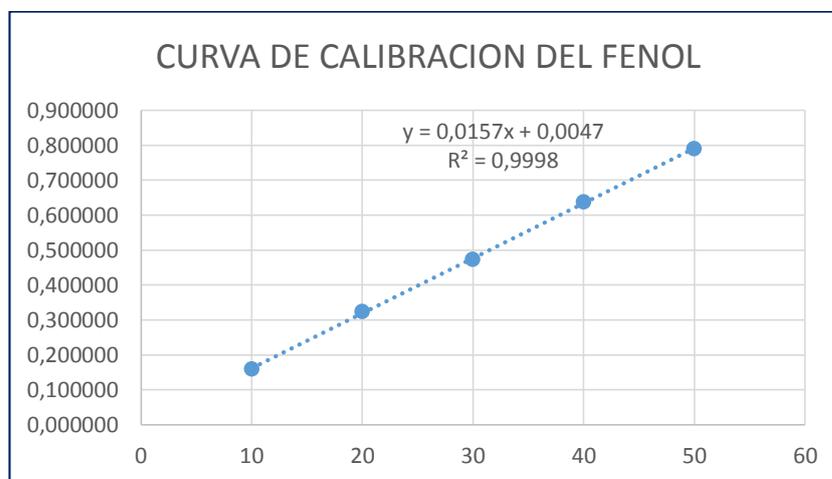


Gráfico 3-3. Curva de Calibración del fenol

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

3.1.3.2. Porcentaje de degradación del fenol

Las muestras del compuesto magnetita-quitosano se analizaron en el espectrofotómetro UV-visible, obteniendo los siguientes resultados:

- **Dosis de magnetita-quitosano**

En el siguiente gráfico se muestran los resultados obtenidos en este experimento:

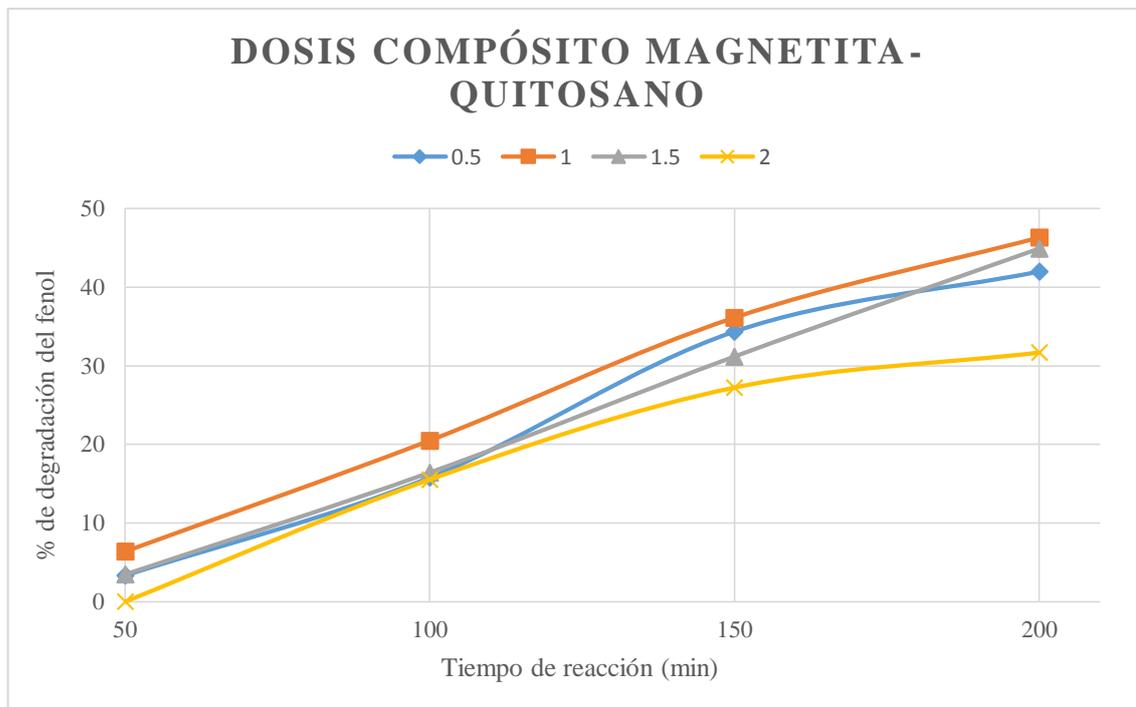


Gráfico 4-3. Resultados de la degradación del fenol a diferentes dosis del compuesto magnetita-quitosano en el Espectrofotómetro UV-visible

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

En el Gráfico 4-3 se analiza que el porcentaje de fenol degradado va aumentando a medida que transcurre el tiempo, en consecuencia al variar la dosis del compuesto magnetita-quitosano se observa que las líneas correspondientes a 1 y 1.5 ml mantienen una cierta similitud, sin embargo se ve claramente que a 1 ml presenta una linealidad hasta los 150 minutos, al sobrepasar este tiempo aún sigue aumentando el porcentaje de degradación del contaminante pero no en una cantidad tan elevada, mientras que a 0.5 y 2 ml se mantienen a una velocidad uniforme hasta los 100 minutos, después de ese tiempo continúan las líneas juntas un poco más y a partir de ahí con 0.5 ml se visualiza que el porcentaje de remoción aumenta más hasta los 200 minutos a comparación de la dosis de 2 ml, en donde la degradación es menor que las demás, de manera que se alcanzó un mejor resultado a 1 ml del compuesto magnetita-quitosano ya que se removió hasta el 46.31% de fenol.

- **Variación del pH**

Se realizaron 4 experimentos variando el pH de 3 a 6 que está dentro del rango como se menciona en el trabajo de Wang que obtuvieron mayor eficiencia en el rango de 2-9 de pH el cual se va ajustando con ácido sulfúrico (H_2SO_4) o hidróxido de sodio (NaOH) según como sea necesario. La amplia adaptabilidad al pH del catalizador de magnetita-quitosano se puede explicar debido a la acidificación de la solución ya que se menciona que durante la reacción de 180 minutos, el pH de la solución disminuyó inmediatamente en 10 minutos y luego disminuyó gradualmente hasta un valor relativamente estable (3 a 9), en donde se consideró que la disminución del pH podría atribuirse a la formación de ácidos orgánicos de pequeño peso molecular como subproductos de la oxidación parcial del fenol, es decir mostró la tendencia a una rápida acidificación que puede ser debido a la complejación del hidroxilo con los iones de hierro, cuanto más hidroxilo unido a hierro presente en la superficie, más fuerte será la acidez de la solución. La cantidad de hidroxilo combinada aumentó cuando el pH cambió de ácido a ligeramente alcalino. En consecuencia, el sistema catalítico del compuesto magnetita-quitosano mantuvo una alta actividad catalítica estable en el amplio rango de pH de 3 a 9.

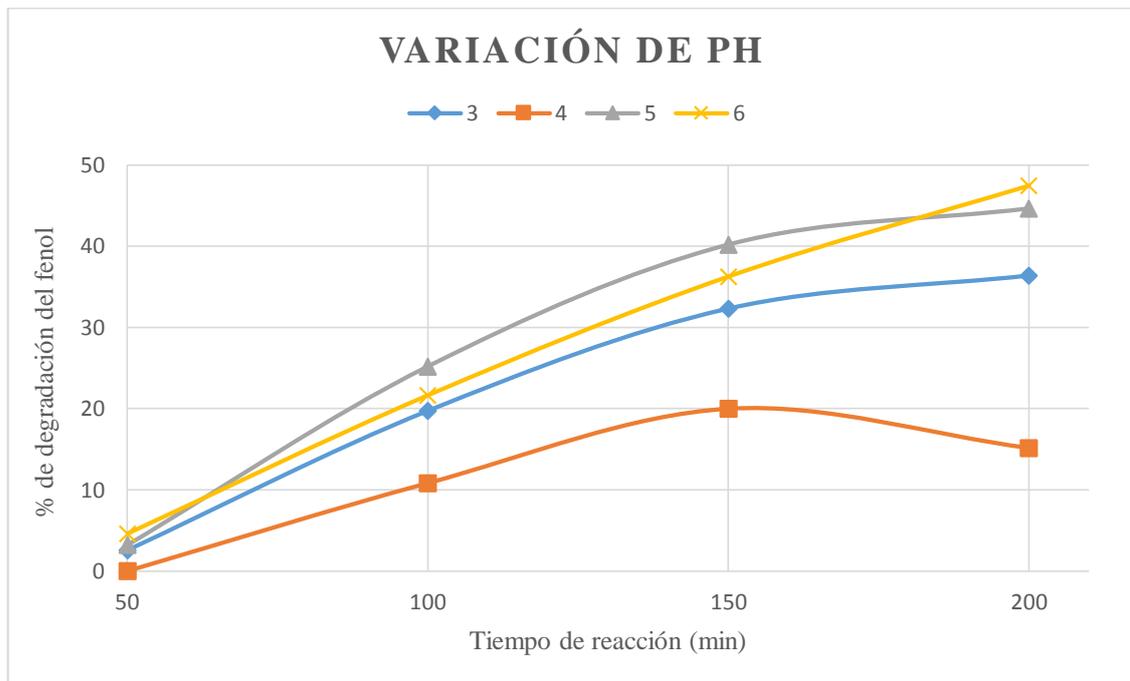


Gráfico 5-3. Resultados de la degradación del fenol a diferentes variaciones del pH en el espectrofotómetro UV-visible

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021,

En el Gráfico 5-3 se muestran los datos obtenidos en el tratamiento fotocatalítico; en donde se puede observar que, a un pH de 3, 5 y 6, el porcentaje de degradación del fenol se incrementa a

medida que transcurre el tiempo hasta los 200 minutos, a comparación del pH 4, en donde se ve con claridad que la línea aumenta solo hasta llegar a los 150 minutos, ya que al sobrepasar ese tiempo ocurre un declive que conlleva a una disminución del porcentaje de remoción, lo cual indica que ya no se está degradando fenol, en tal virtud, nos da un indicativo que a este pH lo óptimo sería trabajar hasta los 150 minutos. También se visualiza que trabajando a pH = 6 a los 200 minutos se consiguió la mayor parte de degradación del contaminante.

El pH óptimo fue 6 debido a que se degradó 47.45% de fenol; sin embargo, en la investigación realizada por Wang et al. (2013, p. 5) consiguieron mejores resultados a un pH = 3 pero mantuvo una alta actividad catalítica estable en el rango de pH de 3 a 9.

- **Estudio de fuente de luz natural**

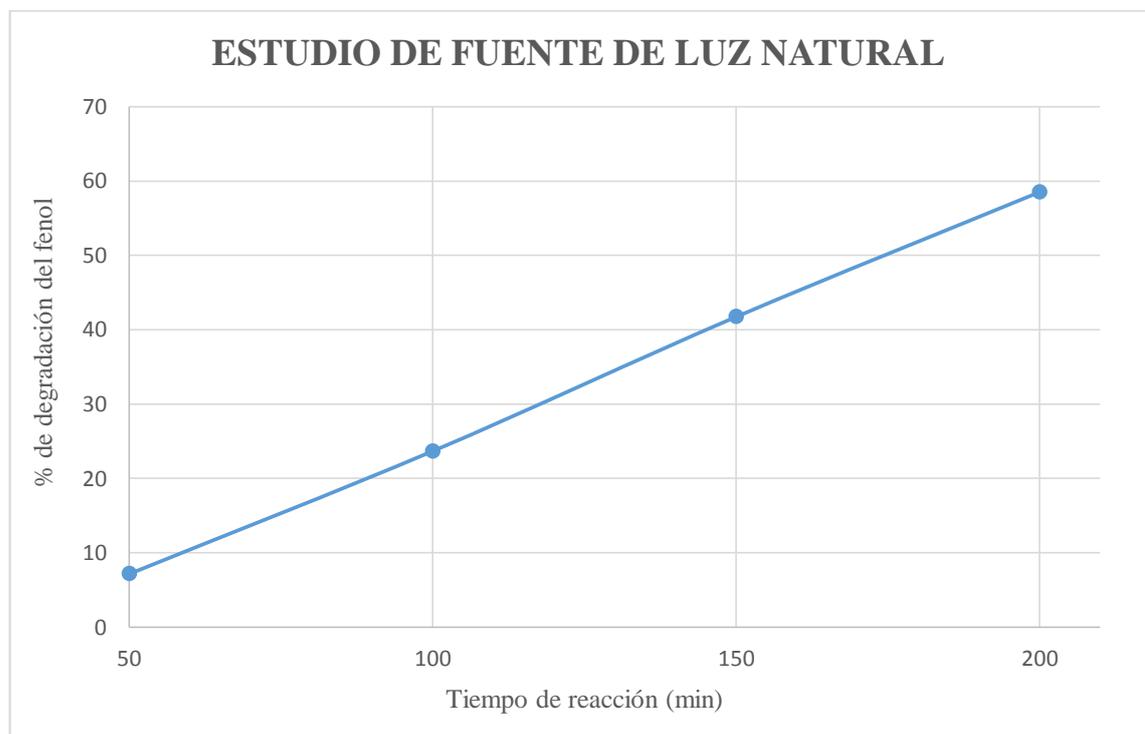


Gráfico 6-3. Resultados de la degradación del fenol con fuente de luz natural en el espectrofotómetro UV-visible

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

En el Gráfico 6-3, se observa que existe una tendencia lineal; en donde el comportamiento entre el tiempo de reacción y el porcentaje de degradación es proporcional, es decir que a medida que aumenta el tiempo, se va incrementando el porcentaje de degradación, alcanzando un porcentaje de remoción del 58.51% de fenol.

- **Estudio del Peróxido de Hidrógeno (H_2O_2)**

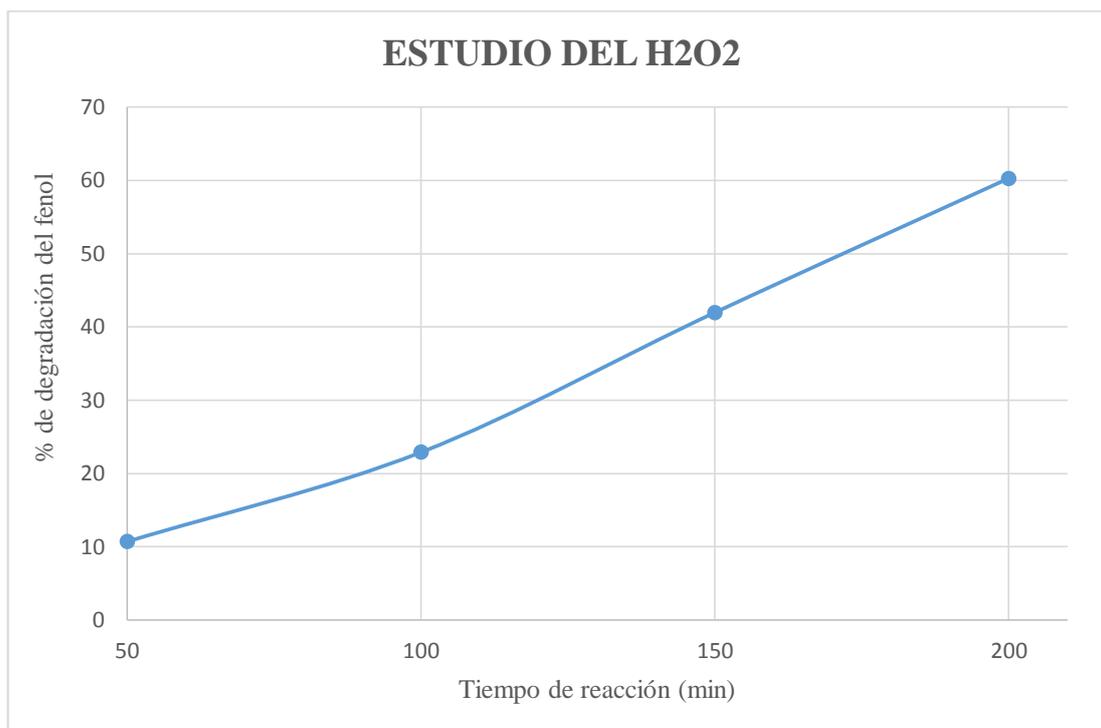


Gráfico 7-3. Resultados de la degradación del fenol en ausencia del peróxido de hidrógeno en el espectrofotómetro UV-visible

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

En el Gráfico 7-3 se puede visualizar que no existe una linealidad completa debido a que en el período de tiempo inicial de la reacción de 50 a 100 minutos aún existe una cantidad elevada en la concentración del fenol. Sin embargo, a partir de los 100 minutos hasta los 200 el comportamiento entre el tiempo de reacción y el porcentaje de degradación es proporcional, ya que a medida que aumenta el tiempo, se va incrementando el porcentaje de degradación, consiguiendo el 60.29% de remoción, lo cual evidencia que la disminución de la concentración de dicho contaminante es mayor en ausencia de peróxido de hidrógeno en comparación con los anteriores experimentos, en los cuales existe una mínima diferencia.

3.1.4. Aplicación de las condiciones óptimas del proceso a una concentración de fenol a 500 ppm

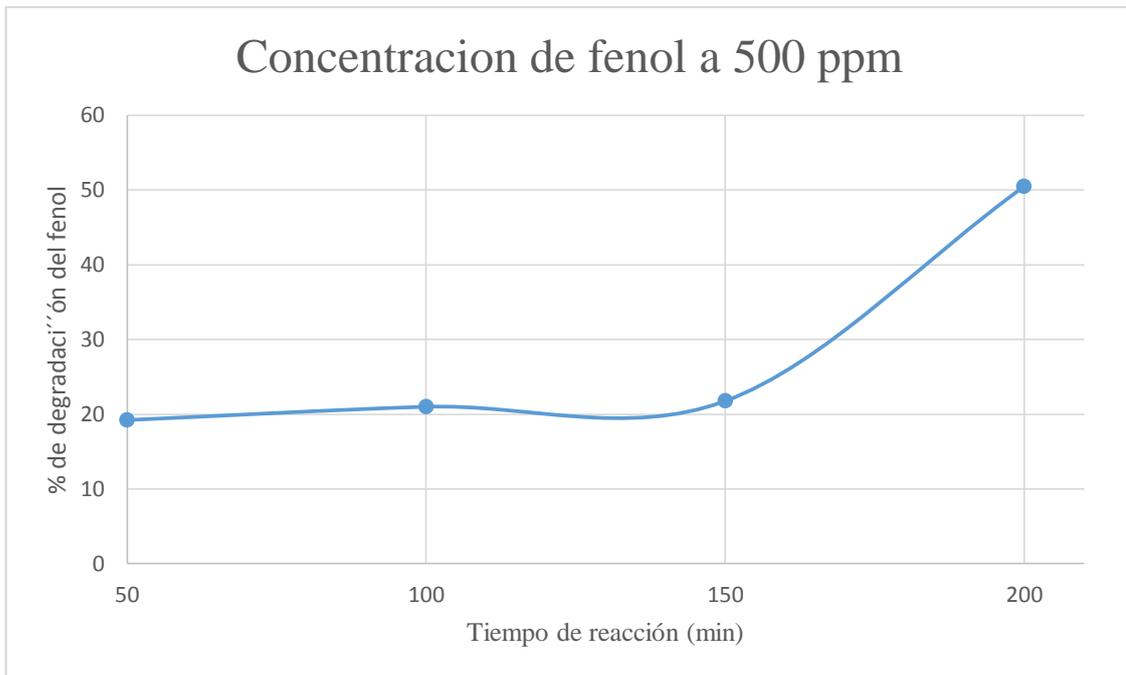


Gráfico 8-3. Resultados de la degradación del fenol a una concentración de 500 ppm en el espectrofotómetro UV-visible

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

En el Gráfico 8-3 se puede observar que el experimento se realizó a una concentración de 500 ppm de fenol; en donde se puede visualizar que a un tiempo de 50 y 100 minutos no ocurre degradación, a comparación de los 150 minutos, en donde ya comienza una disminución en la concentración del fenol, pero en un porcentaje mínimo, no obstante, al sobrepasar ese tiempo hasta los 200 minutos se consigue un porcentaje significativo que alcanza el 50.50 % de degradación de fenol en la solución.

3.1.5. Análisis Estadístico

Se realizó un análisis de varianza ANOVA, en el cual se hace una comparación de las medias de los grupos de datos obtenidos el mismo que sirve para determinar el efecto que tienen las variables independientes sobre la variable dependiente o de respuesta.

Para este análisis se utilizó la hoja de cálculo de Excel, en donde se trabajó con la herramienta de análisis de varianza de dos factores con una sola muestra por grupo. Para lo cual se comienza estableciendo las hipótesis:

Hipótesis nula (H_0): Indica que no existen diferencias estadísticamente significativas en los resultados.

Hipótesis alternativa (H_a): Indica que existen diferencias estadísticamente significativas en los resultados.

Posteriormente las hipótesis se verifican realizando una comparación entre el valor de F calculado y el F crítico (mismos que se obtienen en la tabla ANOVA), de forma que:

F calculada > F crítica → Se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alternativa

F calculada < F crítica → Se acepta la hipótesis nula y se rechaza la hipótesis alternativa

A continuación, se presentan los resultados obtenidos en el análisis de varianza ANOVA:

- Concentración del compósito magnetita-quitosano**

Tabla 3-3. Resultados simplificados de la concentración del compósito magnetita-quitosano

		Tiempo de reacción (min)			
		50	100	150	200
Concentración del compósito magnetita-quitosano (ml)	0,5	3,33	15,79	34,35	41,98
	1	6,38	20,5	36,13	46,31
	1,5	3,46	16,43	31,18	44,91
	2	0	15,54	27,23	31,68

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

Tabla 4-3. Análisis de varianza de la concentración de magnetita-quitosano

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Concentración magnetita-quitosano	155,69195	3	51,8973167	8,083064663	0,00637306	3,86254836
Tiempo de reacción	3359,29075	3	1119,76358	174,4044207	2,7319E-08	3,86254836
Error	57,7845	9	6,4205			
Total	3572,7672	15				

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

Análisis:

Para la concentración de magnetita-quitosano se tiene que:

$$F \text{ calculada} > F \text{ crítica}$$

Para el tiempo de reacción se tiene que:

$$F \text{ calculada} > F \text{ crítica}$$

En los dos casos se rechaza la hipótesis nula (H_0) y se acepta la hipótesis alternativa (H_a), entonces se puede afirmar que existe una diferencia estadísticamente significativa entre los datos, es decir que la concentración de magnetita-quitosano y el tiempo de reacción si influyen en la eficiencia degradativa de aguas contaminadas con fenol, ya que el porcentaje de degradación de fenol aumenta a medida que el compuesto magnetita-quitosano actúa en la solución al transcurrir un tiempo determinado de reacción que fue de 200 min.

- **Variación del pH**

Tabla 5-3. Resultados simplificados de la variación del pH.

		Tiempo de reacción (min)			
		50	100	150	200
Variación de pH	3	2,57	19,73	32,32	36,39
	4	0	10,83	19,99	15,16
	5	3,2	25,2	40,2	44,65
	6	4,6	21,64	36,26	47,45

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

Tabla 6-3. Análisis de varianza a diferentes rangos de variación de pH.

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Variación de pH	719,334119	3	239,77804	7,87816639	0,00691262	3,8625483 6
Tiempo de reacción	2720,28082	3	906,760273	29,7925879	5,2714E-05	3,8625483 6
Error	273,921906	9	30,4357674			

Total	3713,53684	15				
-------	------------	----	--	--	--	--

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

Análisis:

Para la variación del pH se tiene que:

$$F \text{ calculada} > F \text{ crítica}$$

Para el tiempo de reacción se tiene que:

$$F \text{ calculada} > F \text{ crítica}$$

En los dos casos se rechaza la hipótesis nula (H_0) y se acepta la hipótesis alternativa (H_a), entonces se puede afirmar que existe una diferencia estadísticamente significativa entre los datos, es decir que la variación del pH y el tiempo de reacción si influyen en el porcentaje de degradación de fenol, ya que a medida que varía el pH y avanza el tiempo de reacción se obtiene mejores resultados en cuanto a la eficiencia degradativa del fenol.

- **Estudio de fuente de luz natural y sin adicionar peróxido de hidrógeno**

Tabla 7-3. Resultados simplificados con fuente de luz natural y sin adicionar H_2O_2 .

		Tiempo de reacción (min)			
		50	100	150	200
Estudio de	Fuente de luz natural	7,15	23,67	41,73	58,51
	Sin adicionar H_2O_2	10,71	22,91	41,98	60,29

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021

Tabla 8-3. Análisis de varianza en ausencia de luz UV y peróxido de hidrógeno

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Fuente de luz natural/sin adicionar H_2O_2	2,9161125	1	2,9161125	1,6428995 6	0,29001057	10,127964 5

Tiempo de reacción	2896,95224	3	965,650746	544,03497 5	0,00013334	9,2766281 5
Error	5,3249375	3	1,77497917			
Total	2905,19329	7				

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021

Análisis:

En ausencia de luz UV y peróxido de hidrógeno se tiene que:

$$F \text{ calculada} < F \text{ crítica}$$

Para el tiempo de reacción se tiene que:

$$F \text{ calculada} > F \text{ crítica}$$

En ausencia de luz UV y peróxido de hidrógeno se acepta la hipótesis nula (H_0) y se rechaza la hipótesis alternativa (H_a), entonces puede afirmarse que no existe una diferencia estadísticamente significativa entre los valores obtenidos al emplear estos dos factores, es decir que la ausencia de luz UV y peróxido de hidrógeno no influyen en la degradación del fenol.

En cambio, para el tiempo de reacción se rechaza la hipótesis nula (H_0) y se acepta la hipótesis alternativa (H_a), entonces puede afirmarse que existe una diferencia estadísticamente significativa entre los datos, es decir el tiempo de reacción si influye en el porcentaje de degradación del fenol, como se observa en el **Grafico 7-3** a medida que aumenta el tiempo de reacción aumenta el porcentaje de degradación.

3.2. Prueba de hipótesis

3.2.1. Hipótesis específicas

3.2.1.1. Hipótesis 1

“Por medio de la Espectroscopia UV-Visible se realizará estudios de la degradación del fenol en soluciones acuosas sintéticas sometidas a diferentes condiciones experimentales.”

Se realizaron 44 experimentos de degradación del fenol en soluciones acuosas sintéticas utilizando el espectrofotómetro UV-visible, a las siguientes condiciones experimentales: concentración de magnetita-quitosano (0.5, 1, 1.5, 2 ml), variación de pH (3, 4, 5, 6), ausencia de luz ultravioleta y peróxido de hidrógeno, concentración de 500 ppm de fenol, y en cada condición se trabajó en cuatro períodos de tiempo (50, 100, 150 y 200 minutos).

(Baldión y Gómez 2013) en su trabajo denominado: “Evaluación de la degradación de fenoles en solución acuosa mediante procesos Fenton y Complejo Fe-Edta a nivel de laboratorio”, en donde, trabajaron en un rango de pH de 5 a 10, indican que el caso óptimo (mejores resultados) fue a un pH de 9, con un tiempo de reacción de 180 minutos y utilizando 5 ml de peróxido de hidrógeno. En esta investigación se dio mejores resultados a un pH = 6, un tiempo de reacción de 200 minutos y se utilizando 0.2 ml de H₂O₂. Al contrastar con el trabajo citado se evidencia que en este trabajo de investigación las condiciones aplicadas son menores, lo que puede considerarse como una ventaja ya que implica menor uso de reactivos químicos.

Con la aplicación de las distintas condiciones experimentales que se llevaron a cabo en la investigación se comprobó que el método empleado da buenos resultados en la degradación del fenol en las aguas contaminadas, en especial el experimento realizado en ausencia de peróxido de hidrógeno (H₂O₂), en donde se degradó el 60.29% del contenido de fenol en la solución acuosa sintética. Por lo tanto, se confirma la validez de la hipótesis planteada.

3.2.1.2. Hipótesis 2

“Se verificará la acomplejación de las sustancias precursoras mediante la caracterización del compósito magnetita-quitosano”

El compósito magnetita-quitosano y fenol se caracterizaron mediante Espectroscopia de Infrarrojo y Espectrofotometría UV-visible, esto se comparó con la investigación de (Pujol et al. 2020) y en otros trabajos de investigación, en donde utilizaron los mismos métodos de caracterización, dando resultados similares en cuanto al espectro FTIR y absorbancias medidas en el espectrofotómetro UV-Visible, con lo que esta hipótesis queda demostrada.

3.2.1.3. Hipótesis 3

“El diseño de un fotorreactor con una fuente continua de radiación ultravioleta, determinará la influencia de la luz en la degradación del contaminante”



Figura 1-3. Diseño del fotorreactor.

Realizado por: Hidalgo, Jéssica, 2021.

Se diseñó un fotorreactor con una fuente de luz ultravioleta sujeta con un soporte universal ubicado adecuadamente para que la luz tenga influencia directa en la solución que se mantuvo en el termoagitador magnético por 200 minutos; en esta investigación se realizó un experimento en ausencia de radiación ultravioleta, degradándose el 58,51% de fenol, que al comparar con el estudio de (Gómez Umaña y Chacón Páez 2014) en donde sí se utilizó radiación ultravioleta, se obtuvo un porcentaje de degradación de 31.04%, con lo que se comprueba que la radiación ultravioleta no es una variable tan importante ya que el porcentaje de degradación del fenol en presencia de luz no resulta significativamente mayor que los experimentos realizados sin presencia de luz UV, dando así validez a la tercera hipótesis.

3.2.2. Hipótesis general

“Se obtendrá una alta eficiencia degradativa de las aguas contaminadas con fenol utilizando el compuesto magnetita-quitosano.”

En el presente trabajo se obtuvo la eficiencia más alta del 60,29% en el experimento en ausencia de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) y con 1 ml del compuesto magnetita-quitosano, que fue el óptimo en los resultados obtenidos, lo cual confirma la hipótesis planteada.

CONCLUSIONES

- Se evaluó la eficiencia degradativa de aguas contaminadas con fenol, logrando su mineralización empleando el compuesto magnetita-quitosano, para lo cual primero se sintetizó magnetita por el método de co-precipitación, las NPMs se separaron mediante imanes de neodimio, a su vez se realizó la dilución del quitosano que posteriormente se agregó a la magnetita purificada, esto se utilizó para todos los experimentos realizados.
- Se realizaron estudios de la degradación del fenol en soluciones acuosas sintéticas obteniendo los siguientes resultados óptimos: 1 ml del compuesto magnetita-quitosano con 46,31% de degradación de fenol; pH 6 dando un porcentaje de 47,45%; con fuente de luz natural (58,51%) y sin peróxido de hidrógeno, de este último se obtuvo el porcentaje de degradación más alto del 60,29%, concentración de 500 ppm de fenol (50,50%). Las NPMs se separaron mediante imanes de neodimio por un tiempo de 20 horas y se realizaron las lecturas de las absorbancias en el espectrofotómetro UV-visible. Como se observa en los resultados al trabajar con H₂O₂ y la luz artificial se obtienen resultados más bajos que en ausencia de ellos, por lo tanto, no tienen inferencia, llegando a la conclusión de que se trata de un proceso de catálisis, completamente atribuido al compuesto magnetita-quitosano y no necesariamente provocado por la fotocatalisis.
- Se caracterizó la muestra del compuesto magnetita-quitosano, utilizando el espectrofotómetro de infrarrojo, en donde se confirmó la presencia de grupos funcionales propios del compuesto magnetita-quitosano como el Fe-O-Fe y el NH₂.
- Se diseñó un fotorreactor con una fuente continua de radiación ultravioleta de 360 nm de longitud de onda fija, a una separación máxima de 10 cm; por lo tanto, ejerció influencia directa en la solución que se encontraba en el termoagitador magnético a la máxima temperatura y con la velocidad de agitación más baja, llegando a la conclusión que la fuente de luz UV, no es una variable tan significativa en la investigación ya que con fuente de luz natural el porcentaje de degradación del fenol fue mayor.

RECOMENDACIONES

- Al realizar la síntesis de la magnetita antes de añadir el ácido oleico se debe verificar que la temperatura se mantenga en 60°C, seguir manteniendo dicha temperatura por 10 minutos para agregar el hidróxido de sodio y posteriormente 30 minutos más también debe seguir a la misma temperatura debido a que el tiempo de agitación y la temperatura son idóneos para obtener buenas interacciones y evitar aglomeraciones entre las NPMs.
- Para realizar la separación de las NPMs en el ferrofluido, se debe esperar a que se enfríe la solución y posterior a ello utilizar imanes de neodimio que tengan campo magnético fuerte ya que esto ayuda a que las partículas se junten en la región del imán con mayor facilidad.
- En el proceso de purificación es preferible utilizar pipetas Pasteur para eliminar la mayor cantidad de agua y no desperdiciar NPMs, además procurar no excederse de tres lavados que es lo recomendable, tanto con agua destilada como con etanol, porque de lo contrario puede causar una disminución excesiva del pH ocasionando que las NPMs se mezclen con el agua en vez de añadirse al imán.
- Al momento de pesar el fenol, utilizar máscara antigases y gafas porque es un compuesto aromático sumamente tóxico, que emana un olor muy fuerte y penetrante.
- Es importante utilizar gafas polarizadas al momento de encender la lámpara ultravioleta y solo tener contacto visual cuando sea necesario ya que la intensidad de la luz es muy fuerte y puede ocasionar problemas en la vista como cataratas, terigión, etc.
- Antes de encender el termoagitador magnético y la lámpara UV-vis para la degradación del fenol, tapan la boca del matraz con papel aluminio haciendo pequeños orificios para de esta manera evitar tener una presión elevada en el interior del recipiente, también someter la solución a agitación leve durante todo el tiempo de reacción.
- Al tomar las muestras, inmediatamente colocar imanes de neodimio en la base y dejar reposar preferentemente por un día, para que el compósito magnetita-quitosano existente en la solución, precipite logrando así que no interfiera en los resultados.
- El compósito magnetita-quitosano fue influyente en el proceso de catálisis por lo tanto se recomienda experimentar con dosis diferentes de dicho compósito.
- De la investigación realizada, se generan nuevas ideas y alternativas para degradar contaminantes como el fenol, presentes en efluentes industriales que servirá como guía para posteriores investigaciones. Para lo cual se recomienda para futuros estudios utilizar fuentes de luz ultravioleta a diferentes longitudes de onda para verificar su influencia en el estudio de fotodegradación.

BIBLIOGRAFÍA

ALIZADEH, B.; et al. "Removal of Cd(II) and phenol using novel cross-linked magnetic EDTA/chitosan/TiO₂ nanocomposite". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2018, (Irán) 181(1), pp. 675-683. [Consulta: 15 julio 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.11.095>.

BALDIÓN, B., & GÓMEZ, D. Evaluación de la degradación de fenoles en solución acuosa mediante procesos fenton y complejo Fe-Edta a nivel de laboratorio. (Trabajo de titulación). Universidad de La Salle, Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Ambiental y Sanitaria, Bogotá, Colombia. 2013. pp. 1-110.

BERMEJO, M. Fotocatálisis y su capacidad descontaminante. Aplicación en Gran Vía. (Trabajo de titulación). Universidad Politécnica de Madrid, Departamento de estructuras y Física de edificación. (Madrid-España). 2018. pp. 1-47.

BEZDOROZHEV, O.; et al. "Precipitation synthesis and magnetic properties of self-assembled magnetite-chitosan nanostructures". *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* [en línea], 2017, 428(1), pp. 406-411. [Consulta: 09 julio 2021]. ISSN 03048853. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.12.048>.

CHIMBO, V., & CRUZ, J. Diseño y construcción del piso (fondo plano con difusores) para un vehículo de competencia tipo fórmula «SAE» en fibra natural para la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. (Trabajo de titulación). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Mecánica, Escuela de Ingeniería Automotriz, Riobamba, Ecuador. 2015. pp. 1-91

COLCHA, D., & YAULEMA, F. Degradación del fenol presente en las descargas de aguas residuales industriales de la Refinería de Shushufindi mediante foto oxidación catalítica homogénea y heterogénea para descontaminación de sus descargas (Trabajo de titulación). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Escuela de Ciencias Químicas, Riobamba, Ecuador. 2015. pp. 1-92.

DELAGUA WATER TESTING LTD. *Equipo portátil para análisis de calidad de aguas.*

FARALDOS, M. *Fotocatálisis: nanomateriales para combatir la contaminación y obtener energía.* España: Boletín del Grupo Español del Carbón, pp. 9-11.

GANAPATHE, L.; et al. "Magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles in biomedical application: from

synthesis to surface functionalisation". *Magnetochemistry* [en línea], 2020, (Malasia) 6(68), pp. 1-35. [Consulta: 14 agosto 2021]. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/magnetochemistry6040068>.

GIRALDO, J. "Propiedades, obtención, caracterización y aplicaciones del quitosano". *University of Concepcion* [en línea], 2015, (Chile), pp. 1-23. [Consulta: 11 junio 2021]. Disponible en: <https://doi.org/10.13140/RG.2.1.3350.9287>.

GÓMEZ, J.; & CHACÓN, L. Degradación fotocatalítica homogénea y heterogénea de vapor condensado de cocción en el procesamiento de subproductos avícolas. (Trabajo de titulación). Universidad Libre, Departamento de Ingeniería Ambiental, Bogotá, Colombia. 2014. pp. 1-57.

HE, C.; et al. "Synergistic effect of magnetite and zero-valent iron on anaerobic degradation and methanogenesis of phenol". *Bioresource Technology* [en línea], 2019, (Colombia) 291(1), pp. 1-7. [Consulta: 03 junio 2021]. ISSN 18732976. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.121874>.

HIDALGO, A. Obtención de quitosano a partir del micelio de *Aspergillus niger* y su aplicación como recubrimientos comestibles para la conservación de frutas (Trabajo de titulación). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Escuela de Ingeniería Química, Riobamba, Ecuador. 2019. pp. 1-102.

INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES DE COLOMBIA. *Identidad, producción y usos del fenol* [en línea]. Colombia: Editorial del Instituto de Hidrología, meteorología y estudios ambientales, 2010. [Consulta: 25 junio 2021]. Disponible en: <http://documentacion.ideam.gov.co/openbiblio/bvirtual/018903/Links/Guia14.pdf>.

JAIMES, L. Remoción de fenol utilizando catalizadores tipo hidrotalcita de Mg-Al, modificados con Co, Cu y Zn. (Trabajo de titulación). Universidad de Ciencias Aplicadas y Ambientales, Bogotá, Colombia. 2016. pp. 1-57.

MENCHACA, S. Síntesis y caracterización de nanocomposites poliméricos con propiedades magnéticas (Trabajo de titulación) (Doctorado). [en línea]. Universidad de Buenos Aires, Facultad de Ingeniería, Buenos Aires, Argentina. 2018. pp. 1-162.

MONTENEGRO, J. Evaluación de la disminución de concentración de fenol en agua sintética por medio de dos consorcios bacterianos nativos, aerobio y anaerobio facultativo, a nivel de

laboratorio, para su aplicación futura en la biorremediación de efluentes textiles (Trabajo de titulación). Escuela Politécnica del Ejército, Departamento de Ciencias de la Vida, Ingeniera en biotecnología, Sangolqui, Ecuador. 2010. pp. 1-101.

NOVAL, V.; et al. "Magnetite (Fe₃O₄): An inorganic structure with many applications for heterogeneous catalysis". *Revista Colombiana de Química* [en línea], 2017, (Colombia) 46(1), pp. 42-59. [Consulta: 17 agosto 2021]. ISSN 0120-2804. Disponible en: <https://doi.org/10.15446/rev.colomb.quim.v46n1.62831>.

OLIVARES, M.; et al. "Los composites: características y aplicaciones en la edificación". *Informes de la Construcción* [en línea], 2003, (España) 54(484), pp. 45-62. [Consulta: 11 agosto 2021]. ISSN 0020-0883. Disponible en: <https://doi.org/10.3989/ic.2003.v54.i484.568>.

ONYENWOKE, R.; & WIEGEL, J. "Magnetite : Structure , Properties and Applications". *Nova Science Publishers*, (2014), (Estados Unidos), pp.1-22.

PUJOL, A.; et al. "Degradation of phenols by heterogeneous electro-Fenton with a Fe₃O₄-chitosan composite and a boron-doped diamond anode". *Electrochimica Acta* [en línea], 2020, (México) 337 (135784), pp. 1-7. [Consulta: 08 julio 2021]. ISSN 00134686. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2020.135784>.

REYES, V.; et al. "Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles for photocatalysis of nitrobenzene". *Journal of Saudi Chemical Society* [en línea], 2020, (México) 24(2), pp. 223-235. [Consulta: 18 julio 2021]. ISSN 13196103. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2019.12.004>.

SHURVELL, H.F. *Spectra- Structure Correlations in the Mid- and Far-Infrared. Handbook of Vibrational Spectroscopy*. Canadá: Queen's University, 2006. pp.1-34

TOALA, P. Inactivación De Fósforo En Aguas Eutróficas Mediante La Aplicación De Nanopartículas Magnéticas De Hierro (Magnetita). (Trabajo de titulación). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Escuela de Física y Matemática, Riobamba, Ecuador. 2019. pp. 1-79.

WANG, W.; et al. 2013. "Fe₃O₄ nanoparticles as an efficient heterogeneous Fenton catalyst for phenol removal at relatively wide pH values". *Water Science and Technology* [en línea], 2013, (China) 68(11), pp. 2367-2373. [Consulta: 13 junio 2021]. ISSN 02731223. Disponible en:

<https://doi.org/10.2166/wst.2013.497>.

WEI, X.; et al. "Magnetite/Fe-Al-montmorillonite as a Fenton catalyst with efficient degradation of phenol". *Journal of Colloid and Interface Science* [en línea], 2017, (China) 504(1), pp. 611-619. [Consulta: 27 julio 2021]. ISSN 10957103. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcis.2017.05.110>.

ZHOU, Z.; et al. "Highly efficient and recyclable graphene oxide-magnetite composites for isatin mineralization". *Journal of Alloys and Compounds* [en línea], 2017. (China) 725(1), pp. 302-309. [Consulta: 14 agosto 2021]. ISSN 09258388. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.07.087>.

ANEXOS

ANEXO A: LECTURAS DE ABSORBANCIA DE LAS MUESTRAS CON DISTINTAS CONCENTRACIONES DEL COMPÓSITO MAGNETITA-QUITOSANO.

- **Concentración a 0,5 ml.**

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	270nm (Abs)
1	M20	Pc	31/05/2021 8:26:49	0,845
2	M40	Pc	31/05/2021 8:28:02	0,834
3	M60	Pc	31/05/2021 8:29:02	0,765
4	M80	Pc	31/05/2021 8:30:00	0,721
5	M100	Pc	31/05/2021 8:30:59	0,667
6	M120	Pc	31/05/2021 8:31:50	0,619
7	M140	Pc	31/05/2021 8:32:51	0,582
8	M160	Pc	31/05/2021 8:33:47	0,521
9	M180	Pc	31/05/2021 8:34:44	0,495
10	M200	Pc	31/05/2021 8:35:44	0,461
11	M220	Pc	31/05/2021 8:36:43	0,425
12	M240	Pc	31/05/2021 8:37:41	0,418
13	M260	Pc	31/05/2021 8:38:46	0,465
14	M280	Pc	31/05/2021 8:39:51	0,579

- **Concentración a 1 ml.**

MAGNETITA 1 mL

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	270nm (Abs)
1	50	Pc	02/06/2021 14:18:20	0,741
2	100	Pc	02/06/2021 14:19:09	0,630
3	150	Pc	02/06/2021 14:19:57	0,507
4	200	Pc	02/06/2021 14:20:41	0,427

- **Concentración a 1,5 ml.**

MAGNETITA 1.5 mL

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	270nm (Abs)
1	50	Pc	04/06/2021 14:41:47	0,764
2	100	Pc	04/06/2021 14:42:34	0,662
3	150	Pc	04/06/2021 14:43:33	0,546
4	200	Pc	04/06/2021 14:44:20	0,438

- **Concentración a 2 ml.**

MAGNETITA 2 mL

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	270nm (Abs)
1	50	Pc	04/06/2021 14:48:05	0,799
2	100	Pc	04/06/2021 14:48:51	0,669
3	150	Pc	04/06/2021 14:49:38	0,577
4	200	Pc	04/06/2021 14:50:19	0,542

ANEXO B: LECTURAS DE ABSORBANCIA DE LAS MUESTRAS CON VARIACIÓN DEL PH.

- pH 3

PH-3

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	270nm (Abs)
1	PH3-50	Pc	09/06/2021 15:37:18	0,771
2	PH3-100	Pc	09/06/2021 15:38:10	0,636
3	PH3-150	Pc	09/06/2021 15:38:55	0,537
4	PH3-200	Pc	09/06/2021 15:39:50	0,505

- pH 4

pH-4

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	270nm (Abs)
1	50-pH4	Pc	14/06/2021 13:09:51	0,800
2	100-pH4	Pc	14/06/2021 13:10:41	0,706
3	150-pH4	Pc	14/06/2021 13:11:38	0,634
4	200-pH4	Pc	14/06/2021 13:12:28	0,672

- pH 5

pH-5

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	270nm (Abs)
5	50-pH5	Pc	14/06/2021 13:16:01	0,766
6	100-pH5	Pc	14/06/2021 13:17:01	0,593
7	150-pH5	Pc	14/06/2021 13:17:59	0,475
8	200-pH5	Pc	14/06/2021 13:18:52	0,440

- pH 6

pH-6

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	270nm (Abs)
9	50-pH6	Pc	14/06/2021 13:21:26	0,755
10	100-pH6	Pc	14/06/2021 13:22:15	0,621
11	150-pH6	Pc	14/06/2021 13:23:14	0,506
12	200-pH6	Pc	14/06/2021 13:24:04	0,418

ANEXO C: LECTURAS DE ABSORBANCIA DE LAS MUESTRAS CON AUSENCIA DE PERÓXIDO DE HIDRÓGENO Y LUZ ULTRAVIOLETA EN 4 PERÍODOS DE TIEMPO 50, 100, 150 Y 200 MINUTOS.

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	270nm (Abs)
1	50SINPER	Pc	18/06/2021 15:12:36	0,707
2	100SINPER	Pc	18/06/2021 15:13:21	0,611
3	150SINPER	Pc	18/06/2021 15:14:05	0,461
4	200SINPER	Pc	18/06/2021 15:14:46	0,317
5	50SINUV	Pc	18/06/2021 15:16:07	0,735
6	100SINUV	Pc	18/06/2021 15:16:50	0,605
7	150SINUV	Pc	18/06/2021 15:17:34	0,463
8	200SINUV	Pc	18/06/2021 15:18:13	0,331

ANEXO D: LECTURAS DE ABSORBANCIA DE LAS MUESTRAS CON CONCENTRACIÓN DEL FENOL 500 PPM EN 4 PERÍODOS DE TIEMPO 50, 100, 150 Y 200 MINUTOS.

concentracion fenol 500

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	270nm (Abs)
2	500-50	Pc	12/08/2021 10:48:18	0,640
3	500-100	Pc	12/08/2021 10:49:03	0,626
4	500-150	Pc	12/08/2021 10:50:06	0,620
5	500-200	Pc	12/08/2021 10:50:42	0,394

ANEXO E: CERTIFICADO DE CUMPLIMIENTO DE NORMATIVA



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

**DIRECCIÓN DE BIBLIOTECAS Y RECURSOS DEL APRENDIZAJE
UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y DOCUMENTAL**

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 28 / 09 / 2021

INFORMACIÓN DEL AUTORA (S)
Nombres – Apellidos: <i>Jéssica Carolina Hidalgo León</i>
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: <i>Ciencias</i>
Carrera: <i>Ingeniería Química</i>
Título a optar: <i>Ingeniera Química</i>
f. Analista de Biblioteca responsable: <i>Ing. Leonardo Medina Ñuste MSc.</i>

**LEONARDO FABIO
MEDINA NUSTE**

Firmado digitalmente por
LEONARDO FABIO MEDINA
NUSTE
Fecha: 2021.09.28 08:30:17
-05'00'



1836-DBRA-UTP-2021