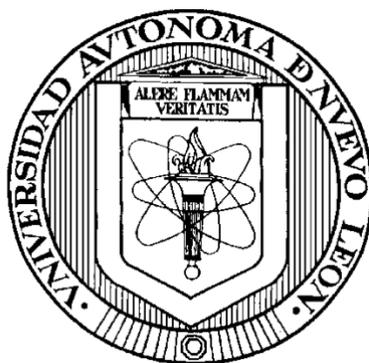


UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE MEDICINA



**EVALUACIÓN DEL PROCESO DE ADSORCIÓN DE LAS
NANOPARTÍCULAS POLIMÉRICAS PARA REMOVER EL COLORANTE
TARTRAZINA**

Por

Q.C.B. AMY GALILEA ROCHA MIRANDA

Como requisito parcial para obtener el Grado de MAESTRÍA EN CIENCIAS con
Orientación en Química Biomédica

JULIO, 2023



**EVALUACIÓN DEL PROCESO DE ADSORCIÓN DE LAS
NANOPARTÍCULAS POLIMÉRICAS PARA REMOVER EL COLORANTE
TARTRAZINA**

Aprobación de Tesis:

Dra. C. Rocío Álvarez Román
Directora de Tesis

Dr. C. Sergio Arturo Galindo Rodríguez
Co-Director de Tesis

Dr. C. Omar Jassiel Portillo Castillo
Comisión de Tesis

Dr. med. Felipe Arturo Morales Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado

DEDICATORIA

A la Galilea Rocha de catorce años que siempre pensó que la química era algo maravilloso y siempre soñó con hacer ciencia.

“Cada día que vives lo que haces marca la diferencia y tiene un impacto sobre el mundo. Tú decides qué diferencia quieres hacer. Qué mundo quieres dejar.”

Jane Goodall

AGRADECIMIENTOS

A mi familia, gracias por apoyarme e impulsarme a cumplir mis metas, por siempre recibirme con los brazos abiertos en la casa y consentirme el poco tiempo que nos vemos.

A Yamil, gracias por apoyarme en todo, por estar ahí en los días que se hacían difíciles y tu amor incondicional me sacaba adelante. Te amo siempre.

A mi asesora, la Dra. Rocío Álvarez, gracias por brindarme todo lo que estuvo a su alcance para que realizara este trabajo, por abrirme un espacio en su laboratorio, por su tiempo y por enseñarme tantas cosas. Sobre todo, le agradezco nuestras platicas largas donde hablábamos de todo, es una mujer admirable. La aprecio bastante.

Al Dr. Omar Portillo por siempre asesorarme y estar pendiente de mi trabajo.

A Michelle, Fer, Bárbara, Amairani y César por ayudarme a creer más en mí.

A la Dra. Graciela Granados por todo el apoyo que me dio en las materias y en mi vida personal. Gracias por ser una guía y un lugar seguro para mí.

A Bruma y Hamilton, los quiero mucho y hacen mis días más felices.

A Leucemio, mi gatito. Gracias por desvelarte conmigo hasta las 3:00 am cuando hacía tareas, por recibirme feliz en casa y por enseñarme una forma de amar que no conocía. Fuiste mi motor principal para acabar este proyecto, te lo debía. Te extrañaré cada día de mi vida y te amaré siempre (DEP†).

**EVALUACIÓN DEL PROCESO DE ADSORCIÓN DE LAS
NANOPARTÍCULAS POLIMÉRICAS PARA REMOVER EL COLORANTE
TARTRAZINA**

Presentado por:

Q.C.B. Amy Galilea Rocha Miranda

Este trabajo se realizó en el Departamento de Química Analítica de la Facultad de Medicina en colaboración con el Laboratorio de Nanotecnología de la Facultad de Ciencias Biológicas, ambas de la Universidad Autónoma de Nuevo León, bajo la dirección de la Dra. Rocío Álvarez Román y co-dirección del Dr. Sergio Arturo Galindo Rodríguez.



Dra. C. Rocío Álvarez Román
Directora de Tesis



Dr. C. Sergio Arturo Galindo Rodríguez
Co-Director de Tesis

RESUMEN

Q.C.B. Amy Galilea Rocha Miranda

Universidad Autónoma de Nuevo León

Facultad de Medicina

Título del estudio: EVALUACIÓN DEL PROCESO DE ADSORCIÓN DE LAS NANOPARTÍCULAS POLIMÉRICAS PARA REMOVER EL COLORANTE TARTRAZINA

Número de páginas: 79

Área de estudio: Química Analítica, Nanobiotecnología.

Propósito y Método de estudio: Se estima que alrededor de 700, 000 toneladas de colorantes sintéticos (CS) se producen anualmente en todo el mundo para su uso industrial. El grupo de CS más utilizados son los del tipo azo (-N=N-) como la Tartrazina, cuya presencia en ríos provoca eutrofización, sub-oxigenación y bio-acumulación, alterando los ecosistemas. Actualmente, existe una fuerte demanda de tecnologías orientadas a remover los colorantes contaminantes en aguas residuales, por ejemplo, las nanopartículas poliméricas (NP) han presentado buenos porcentajes de remoción de colorantes. El objetivo del presente trabajo fue evaluar la capacidad de adsorción de NP para remover el colorante Tartrazina en soluciones acuosas. Este trabajo constó de tres fases: I) obtención de NP por la técnica de nanoprecipitación y posterior caracterización fisicoquímica, II) validación de un método analítico por Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución con detector UV-Vis (CLAR-UV-Vis) para cuantificar el colorante Tartrazina removido y III) evaluación del porcentaje de remoción del colorante Tartrazina por las NP a diferentes condiciones experimentales, así como establecer su modelo de isoterma de adsorción.

Conclusiones y contribuciones: Se obtuvieron NP estables, sin agregados ni sedimentos y con un tamaño cercano a 160 nm, características óptimas para su aplicación como material adsorbente. El método de CLAR-UV-Vis desarrollado permitió cuantificar el colorante Tartrazina de forma lineal, precisa y exacta. El modelo representado por el isoterma de Freundlich fue aplicable para describir el proceso de adsorción de la Tartrazina en las NP, con el que se obtuvieron porcentajes de remoción de aproximadamente el 90%, mostrando así ser un adsorbente alternativo para remover el colorante Tartrazina.

FIRMA DEL DIRECTOR DE TESIS



Dra. C. Rocío Álvarez Román

TABLA DE CONTENIDO

CAPÍTULO	PÁGINA
CAPÍTULO I	
INTRODUCCIÓN.....	1
1.1 CONTAMINACIÓN DEL AGUA.....	1
1.2 COLORANTES COMO CONTAMINANTES.....	5
1.2.1 Clasificación química de los colorantes	5
1.2.2 Efectos biológicos de la contaminación por colorantes	7
1.3 TECNOLOGÍAS APLICADAS EN LA ELIMINACIÓN DE COLORANTES.....	10
1.4 SISTEMAS BASADOS EN NANOTECNOLOGÍA PARA LA REMOCIÓN DE COLORANTES	14
1.5 ANTECEDENTES	18
1.6 JUSTIFICACIÓN.....	19
1.7 HIPÓTESIS	20
1.8 OBJETIVO GENERAL	21
1.9 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
CAPÍTULO II	
MATERIALES Y MÉTODOS	22
2.1 MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS.....	22
2.1.1 Material	22
2.1.2 Equipo	22
2.1.3 Reactivos	23
2.2 OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE NP ESTABLES POR LA TÉCNICA DE NANOPRECIPITACIÓN.....	23

2.3 DESARROLLO Y VALIDACIÓN DE UN MÉTODO ANALÍTICO POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN CON DETECTOR UV-VISIBLE PARA CUANTIFICAR EL COLORANTE TARTRAZINA	25
2.3.1 Validación del sistema	27
2.3.2 Validación del método	29
2.4 EVALUACIÓN DEL PROCESO DE REMOCIÓN DEL COLORANTE TARTRAZINA POR LAS NANOPARTÍCULAS POLIMÉRICAS A DIFERENTES CONDICIONES EXPERIMENTALES	32
2.4.1 Estudio por espectrofotometría infrarroja	32
2.4.2 Selección del polímero formador de NP.....	33
2.4.3 Variable de pH	33
2.4.4 Variable de cantidad de nanopartículas	34
2.4.5 Variable de concentración inicial del colorante Tartrazina	34
2.4.6 Isotermas de adsorción	35

CAPITULO III

RESULTADOS.....37

3.1 OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN FISCOQUÍMICA DE NP ESTABLES POR LA TÉCNICA DE NANOPRECIPITACIÓN.....	37
3.2 DESARROLLO Y VALIDACIÓN DE UN MÉTODO ANALÍTICO POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN CON DETECTOR UV-VISIBLE PARA CUANTIFICAR EL COLORANTE TARTRAZINA	38
3.2.1 Validación del sistema	39
3.2.2 Validación del método	40
3.3 EVALUACIÓN DEL PROCESO DE REMOCIÓN DEL COLORANTE TARTRAZINA POR LAS NANOPARTÍCULAS POLIMÉRICAS A DIFERENTES CONDICIONES EXPERIMENTALES	41
3.3.1 Estudio por espectrofotometría infrarroja.....	41

3.3.2 Selección de polímero formador de NP	43
3.3.3 Variable de pH	44
3.3.4 Variable de cantidad de nanopartículas	45
3.3.5 Variable de concentración inicial del colorante Tartrazina	45
3.3.6 Isotermas de adsorción	46

CAPÍTULO IV

DISCUSIÓN 48

4.1 OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE NP ESTABLES POR LA TÉCNICA DE NANOPRECIPITACIÓN.....	48
4.2 DESARROLLO Y VALIDACIÓN DE UN MÉTODO ANALÍTICO POR CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN CON DETECTOR UV-VISIBLE PARA CUANTIFICAR EL COLORANTE TARTRAZINA	52
4.3 EVALUACIÓN DEL PROCESO DE REMOCIÓN DEL COLORANTE TARTRAZINA POR LAS NANOPARTÍCULAS POLIMÉRICAS A DIFERENTES CONDICIONES EXPERIMENTALES	56

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES 64

CAPÍTULO VI

PERSPECTIVAS 65

REFERENCIAS 66

LISTA DE TABLAS

Tabla		Página
I	Principales contaminantes en aguas residuales	4
II	Clasificación química de los colorantes en base a su uso en la industria textil y alimentaria	6
III	Características fisicoquímicas del colorante Tartrazina	9
IV	Ventajas y desventajas de los procesos de degradación de colorantes	11
V	Nanomateriales usados en la remoción de colorantes	17
VI	Polímeros y solventes utilizados en la obtención de NP	24
VII	Condiciones cromatográficas evaluadas para el análisis de Tartrazina	26
VIII	Caracterización fisicoquímica de las NP	37
IX	Estabilidad de las NP a dos meses	38
X	Tiempos de retención obtenidos para la Tartrazina a diferentes condiciones evaluadas	38
XI	Parámetros de validación del sistema para cuantificar el colorante Tartrazina	40
XII	Parámetros de validación del método para cuantificar el colorante Tartrazina	41
XIII	Evaluación de la pastilla a diferentes condiciones de pH	44
XIV	Parámetros de los isotermas de adsorción según Langmuir y Freundlich.	47

LISTA DE FIGURAS

Figura		Página
1	Estructura química del colorante Tartrazina	9
2	Curva de calibración del colorante Tartrazina en la validación del sistema	39
3	Curva de calibración del colorante Tartrazina en la validación del método	40
4	Espectro infrarrojo de NP formadas a partir del polímero E-100	42
5	Espectro infrarrojo de NP formadas a partir del polímero RL-100	42
6	Espectro infrarrojo de NP formadas a partir del polímero RS-100	42
7	Pastillas obtenidas a la primera condición de pH	43
8	Pastillas obtenidas a la segunda condición de pH	43
9	Efecto del pH en la remoción del colorante Tartrazina	44
10	Efecto de la cantidad de adsorbente en la remoción del colorante Tartrazina	45
11	Efecto de la concentración inicial del colorante Tartrazina en la remoción	46
12	Curva de adsorción de Langmuir para las NP	46
13	Curva de adsorción de Freundlich para las NP	47

LISTA DE ECUACIONES

Ecuación		Página
1	Límite de detección	28
2	Límite de cuantificación	28
3	Desviación estándar relativa en porcentaje	29
4	Ecuación de Langmuir	36
5	Ecuación de Freundlich	36

ABREVIATURAS

%DER	Desviación estándar relativa en porcentaje
CLAR	Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución
IP	Índice de polidispersidad
LDD	Límite de detección
LDC	Límite de cuantificación
NP	Nanopartículas poliméricas
R ²	Coeficiente de determinación
u.a.	Unidades de absorbancia
UV-Vis	Ultravioleta-Visible

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1.1 Contaminación del agua

El agua es un componente esencial para las actividades vitales de los organismos vivos y aunque nuestro planeta es 70% agua, solo el 1% está destinado al uso humano. De acuerdo con la Organización Mundial de la Salud (OMS) más de 2300 millones de personas viven en países con escasez de agua (Organización Mundial de la Salud, 2022).

La principal causa de la escasez de agua es la contaminación. Muchas industrias, como la del plástico, farmacéutica, alimentaria, textil y la papelera, producen enormes cantidades de aguas residuales contaminadas. La descarga inapropiada de estos efluentes al medio ambiente puede causar efectos adversos en la vida humana y en los ecosistemas acuáticos (Khader, Mohammed and Albayati, 2021). A medida que la crisis del agua se intensifica y su calidad se deteriora, no solo existe una preocupación global cada vez mayor sobre la disponibilidad de agua para uso humano, sino también sobre su importancia para el desarrollo sostenible de muchos países.

El agua salubre y fácilmente accesible es importante para la salud pública, tanto si se utiliza para beber, para uso doméstico, para producir alimentos o para fines recreativos. La mejora del abastecimiento de agua, del saneamiento y de la gestión de los recursos hídricos puede impulsar el crecimiento económico de los

países y contribuir en gran medida a la reducción de la pobreza (Organización Mundial de la Salud, 2022).

Uno de los Objetivos de Desarrollo Sostenible de las Naciones Unidas (ODS 6) es lograr agua potable segura y asequible para todos para 2030. Los avances en las técnicas de tratamiento del agua pueden desempeñar un papel fundamental en el logro de este objetivo (Organización Mundial de la Salud, 2022).

En México, el agua ha sido reconocida como un asunto estratégico y de seguridad nacional. Se ha convertido en elemento central de las actuales políticas ambientales y económicas, así como un factor clave del desarrollo social. Cabe mencionar que la contaminación del agua ha provocado que se pierdan cerca de 50 especies de plantas y vertebrados en México, de acuerdo con la Comisión Nacional para el Conocimiento y Uso de la Biodiversidad (CONABIO) (Fondo para la Comunicación y la Educación Ambiental. and Centro Mexicano de Derecho Ambiental., no date).

Es sabido que, para lograr que todos los cuerpos de agua del país recuperen su salud, satisfagan las necesidades de la población y contribuyan al crecimiento económico; se requiere mantenerlos limpios y sin descargas de aguas residuales urbanas, industriales y agrícolas que los contaminen (Instituto Nacional de Ecología y Cambio Climático. and Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales., 2018).

Sin embargo, según los datos publicados por la Comisión Nacional del Agua (CONAGUA), durante el año 2016 se generaron alrededor de 6,860 millones de

m³ de aguas residuales industriales en México (217.529 m³/s), de los cuales sólo un 34.91% fueron sometidas a tratamiento (Instituto Nacional de Ecología y Cambio Climático and Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales., 2018).

Por todo lo anterior, la Ley de Aguas Nacionales tiene como objeto la preservación de la calidad de las aguas nacionales para lograr un desarrollo integral sustentable (Congreso de los Estados Unidos Mexicanos, 2022). Dentro de este aspecto se encuentra la necesidad de realizar tratamientos eficientes de las aguas residuales generadas en el país con el fin de prevenir la posible contaminación de las masas de agua por el vertido de las aguas residuales deficientemente tratadas o simplemente no tratadas.

El desarrollo industrial, del cual se espera que satisfaga nuestras necesidades actuales tiene un grave impacto en el medio ambiente. La contaminación es causada por desechos que no se manejan adecuadamente. Debido a las propiedades fisicoquímicas del agua, esta disuelve fácilmente todas aquellas moléculas orgánicas e inorgánicas que luego actúan como contaminantes, lo que resulta en el deterioro de la calidad del agua. En la tabla I se muestran los principales contaminantes encontrados en aguas residuales vertido por industrias (Nasra *et al.*, 2020).

Tabla I. Principales contaminantes en aguas residuales.

Especies inorgánicas	Especies orgánicas
Metales pesados	Fenoles
Cloruros	Colorantes
Nitratos	Productos farmacéuticos
Sulfatos	Pesticidas
Fosfatos	Surfactantes

En general, la industria vierte los residuos al agua sin tratamiento previo, lo que causa daños a los ecosistemas acuáticos y problemas en la salud humana.

Los colorantes son una clase importante de contaminantes que se producen en grandes cantidades en las industrias textil, de teñido, papel y pulpa, curtiduría y pintura. Se estima que alrededor de 700, 000 toneladas de colorantes se producen anualmente en todo el mundo para su uso en industrias, de los cuales 140 000 se desechan en efluentes durante las diversas etapas de aplicación y fabricación (Dutta *et al.*, 2021).

1.2 Colorantes como contaminantes

Se utilizan diferentes tipos de tintes en las industrias, clasificados en dos grandes grupos: los colorantes y los pigmentos. Los colorantes son solubles en agua y son definidos como compuestos capaces de impartir color. A su vez, podemos describir a los pigmentos textiles como colorantes insolubles en agua. Por esta razón su aspecto físico a temperatura ambiente es el de un polvo coloreado, generalmente, finamente dividido. Lo que diferencia a los pigmentos de los colorantes, es que son sólidos a temperatura ambiente e insolubles en agua (Marcano, 2018).

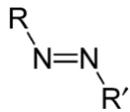
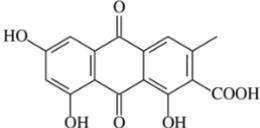
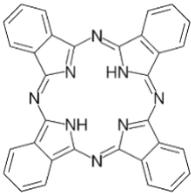
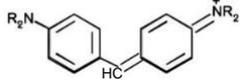
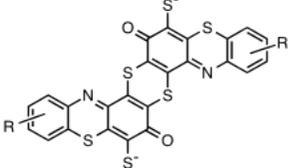
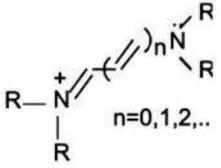
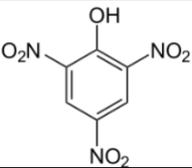
1.2.1 Clasificación química de los colorantes

En general, los colorantes sintéticos son moléculas que comprenden un conjunto de estructuras aromáticas conjugadas (e.g. benceno, anillos de antraceno, entre otros), grupos cromóforos y auxocromáticos.

Los grupos cromóforos son los grupos funcionales de la molécula responsables de la absorción de la luz, mientras que los grupos auxocromos son sustituyentes del cromóforo que alteran la longitud de onda de máxima absorción. Ambos en conjunto, son los grupos encargados de impartir color (Zaruma Arias PE, Proal Nájera JB, Chaires Hernández I, 2018).

En la tabla II se presentan las familias químicas de los colorantes ordenados de forma descendente por su uso en la industria textil y alimentaria, e indicando su grupo cromóforo (Munagapati *et al.*, 2018; Berradi *et al.*, 2019).

Tabla II. Clasificación química de los colorantes en base a su uso en la industria textil y alimentaria.

Familia	Grupo cromóforo	Descripción
Azoicos		Grupo de colorantes más importante, representa el 70% de colorantes orgánicos del mercado.
Antraquinonas		Son quinonas tricíclicas derivadas del antraceno con uno o más grupos hidroxilo.
Ftalocianina		Están formados por la unión de cuatro grupos isoindol (dos anillos fusionados, uno bencénico y uno de piridina) mediante cuatro átomos de nitrógeno, anillo de 16 átomos con dobles enlaces conjugados.
Ion arilcarbonio		Conformado por un átomo carbonilo unido a dos o tres anillos aromáticos.
Sulfuro		Sustancias, que contienen azufre en su estructura. Su constitución química no está bien definida.
Polimetino		Se clasifican en neutros, catiónicos y aniónicos. En los extremos de su cadena poseen un grupo donador de densidad electrónica.
Nitro		Contienen grupos auxocromos débiles entre incoloros y tonalidad amarillenta.

Los colorantes más comúnmente utilizados en la industria son los de la familia azo o colorantes azoicos, los cuales generalmente poseen uno o más grupos azo ($-N=N-$) (Benkhaya, M'rabet and El Harfi, 2020). Estos compuestos, al igual que la gran mayoría de los colorantes sintéticos, son poco biodegradables y resisten la exposición solar o el ataque químico, por lo que, en la mayoría de los casos, resultan también resistentes a la degradación microbiana causando serias preocupaciones ambientales (Kandisa and Saibaba KV, 2016).

1.2.2 Efectos biológicos de la contaminación por colorantes

La presencia de colorantes en los cuerpos de agua tiene distintos efectos adversos, entre los que destacan:

- Eutrofización

Bajo la acción de microorganismos, los colorantes liberan nitratos y fosfatos en altas cantidades provocando un enriquecimiento excesivo de nutrientes en el ecosistema acuático. Por lo que las algas proliferan de forma descontrolada en ríos y aguas estancadas y forman una capa en la superficie que impide el paso de la luz solar y la fotosíntesis a niveles por debajo de ella.

- Suboxigenación

El crecimiento descontrolado de las algas genera el enturbiamiento del ecosistema acuático, impidiendo que la luz llegue al fondo del ecosistema acuático. De esta forma, el oxígeno se agota y conduce a problemas de

suboxigenación del medio acuático que conducen a la muerte por asfixia de la fauna acuática.

- Persistencia

La persistencia es la permanencia del colorante por un largo tiempo. Debido a su uso específico y su origen sintético, presentan estructuras complejas que les confieren gran estabilidad y los hacen resistentes a la degradación biológica natural.

- Bioacumulación

La acumulación sucesiva de colorantes no degradables, que se transfieren de un miembro de la cadena alimentaria a otro por bioacumulación conduce a un aumento de las concentraciones de contaminantes a valores particularmente altos, incluso peligrosos, en el último consumidor que muchas veces es el ser humano.

- Efecto cancerígeno

Los colorantes pueden descomponerse en otros xenobióticos más tóxicos bajo la acción de microorganismos: aminas cancerígenas al romper el grupo azo en los derivados azo o leuco para trifenilmetanos (Ngo and Tischler, 2022).

Cabe mencionar que, de la producción anual de colorantes, casi el 70% son del tipo azo (Benkhaya, M'rabet and El Harfi, 2020). Los colorantes más utilizados son la Tartrazina, Amarillo 6 y Rojo 40 (Mota *et al.*, 2021).

1.2.3 Colorante Tartrazina

La Tartrazina (E-102) pertenece al grupo de los colorantes azoicos aniónicos y físicamente es un polvo amarillo, por esto, también es llamado Amarillo 5. En la figura 1 se observa su estructura química constituida por dos anillos bencénicos (National Center for Biotechnology Information, 2022).

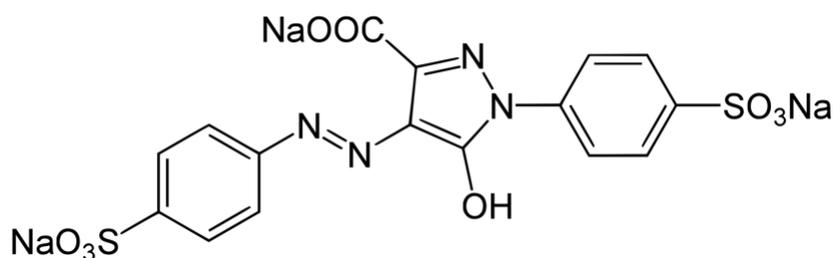


Figura 1. Estructura química del colorante Tartrazina.

Algunas de las propiedades fisicoquímicas de la Tartrazina se muestran en la tabla III (National Center for Biotechnology Information, 2022).

Tabla III. Características fisicoquímicas del colorante Tartrazina.

Característica	Información
Nombre químico	ácido 4,5-dihidro-5-oxo-1-(4-sulfofenil)-4-[(4-sulfofenil)azo]-1-H-pirazol-3 carboxílico, sal trisódica
Formula molecular	C ₁₆ H ₉ N ₄ Na ₃ O ₉ S ₂
Peso molecular	534.4 g/mol
Apariencia física	Polvo brillante, de color amarillo-naranja, es inoloro e higroscópico.
Solubilidad	Estable en ácidos, soluble en agua y poco soluble en etanol.
pKa	2 (ácido sulfónico), 5 (acetato) y 10.86 (azo)
LogP o/w	-10.17

Como colorante azoico, la Tartrazina está asociada con la posible generación de aminas libres *in vivo* por azoreducción lo que causa problemas de mutagenicidad. Otros estudios han informado que la Tartrazina puede causar reacciones alérgicas en algunas personas, específicamente, en las que tienen asma o intolerancia a la aspirina. Se ha sugerido que los niños con hiperactividad pueden desarrollar mayor irritabilidad, inquietud y trastornos del sueño después de consumirla.

La Tartrazina se utiliza como colorante alimentario para lograr tonos amarillos o verdes en dulces, jaleas, jugos, mermeladas, mostazas y refrescos. Además, se ha utilizado ampliamente para impartir color a productos farmacéuticos humanos (e.g. cápsulas de vitaminas, antiácidos) y cosméticos. Los fabricantes y distribuidores farmacéuticos de Canadá indican que aproximadamente 450 de sus productos contienen Tartrazina. Su amplia utilización genera que se liberen altas cantidades de este colorante durante el procesamiento de alimentos y medicamentos, generando un problema ambiental (Otavo-Loaiza, Sanabria-González and Giraldo-Gómez, 2019). Por lo tanto, las industrias alimentarias deberían tratar sus efluentes que contienen colorantes antes de descargarlos en fuentes de agua naturales.

1.3 Tecnologías aplicadas en la eliminación de colorantes

Los colorantes tipo azo pueden ser removidos por diversos métodos físicos, químicos y biológicos que se describen en la tabla IV (Munagapati *et al.*, 2020).

Tabla IV. Ventajas y desventajas de procesos de degradación de colorantes

Tratamientos biológicos¹		
Método	Ventajas	Desventajas
Decoloración por hongos de pudrición blanca	Los hongos de pudrición blanca son capaces de degradar los colorantes utilizando enzimas.	También se ha demostrado que la producción de enzimas no es confiable.
Otros cultivos microbianos (bacterias mixtas)	Decolorado en 24–30 horas.	En condiciones aeróbicas, los colorantes azoicos no se metabolizan fácilmente.
Adsorción por biomasa microbiana viva/muerta	Ciertos colorantes tienen una afinidad particular para unirse con especies microbianas.	No es efectivo para todos los colorantes.
Sistemas de biorremediación anaeróbica de textiles y colorantes	Permite decolorar colorantes azoicos y otros colorantes solubles en agua.	La descomposición anaeróbica produce metano y sulfuro de hidrógeno.
Tratamientos físicos¹		
Método	Ventajas	Desventajas
Adsorción con carbón activado	Buena eliminación de una amplia variedad de colorantes.	Muy costoso.
Filtración en membranas	Remueve todo tipo de colorantes.	Producción de lodos concentrados.
Intercambio iónico	Regeneración: sin pérdida de adsorbente.	No es efectivo para todos los colorantes.
Irradiación	Oxidación efectiva a escala de laboratorio.	Requiere mucho O ₂ disuelto.
Coagulación	Económicamente factible.	Alta producción de lodos.

Tratamientos químicos		
Método	Ventajas	Desventajas
Proceso de oxidación ¹	Aplicación simple.	El agente (H ₂ O) necesita ser activado por algún medio.
Oxidación con reactivo de Fenton ²	El reactivo de Fenton es un medio químico adecuado.	Generación de lodos.
Tratamiento con Ozono ¹	El ozono se puede aplicar en estado gaseoso y no aumenta el volumen de aguas residuales y lodos.	Vida media corta (20 minutos).
Fotoquímico ¹	No se producen lodos y los malos olores se reducen considerablemente.	Formación de subproductos.
Hipoclorito de sodio (NaOCl) ¹	Inicia y acelera la ruptura de enlaces azoicos.	Liberación de aminas aromáticas.
Destrucción electroquímica ¹	Sin consumo de productos químicos y sin acumulación de lodos.	Las tasas de flujo relativamente altas.
Coagulación-precipitación ³	Relativamente económico.	Genera lodo y su disposición.

¹Yagub *et al.*, 2014. ²Rubio, Chica and Peñuela, 2014. ³Castellanos and Tusarma, 2014.

Como resultado de la alta estabilidad de los colorantes y la posibilidad de degradación en moléculas más tóxicas, se prefieren los tratamientos físicos como la adsorción. Este término, se refiere a la acumulación de una sustancia entre dos fases: la interfase líquido-sólido o la interfase gas-sólido. La sustancia que se acumula en la interfase se llama adsorbato y el sólido sobre el que se produce la adsorción es el adsorbente (Dąbrowski, 2001). La adsorción se puede clasificar en dos tipos: sorción química y sorción física. La adsorción química o quimisorción se ilustra mediante la formación de fuertes asociaciones químicas entre moléculas o iones de adsorbato y la superficie del adsorbente, que generalmente se debe al intercambio de electrones y, por lo tanto, la sorción química generalmente es irreversible. En contraste, la adsorción física o fisisorción se caracteriza por enlaces débiles de van der Waals entre el adsorbato y adsorbente y, por lo tanto, es reversible en la mayoría de los casos. Yagub, M. T. y colaboradores (2014) mencionan que la remoción por fisisorción de colorantes en soluciones acuosas se rige por varios factores que afectan este proceso, tales como pH, temperatura, concentración inicial del colorante y cantidad de adsorbente. Actualmente existen una gran variabilidad en el tipo de adsorbentes como carbón activado, desechos de la agricultura, biomasas, zeolitas, barro rojo, óxidos metálicos y polímeros. Sin embargo, es necesario más investigación para: i) comprender el mecanismo de adsorción colorante-adsorbentes, ii) establecer las mejores condiciones de funcionamiento para eliminar colorantes y iii) predecir el rendimiento del proceso de adsorción en efluentes reales.

Debido a su versatilidad, alta eficiencia, simplicidad y bajo costo de operación, la adsorción es uno de los enfoques más atractivos y utilizados actualmente para la eliminación de compuestos orgánicos tóxicos en el agua, como los colorantes (Hlongwane *et al.*, 2019). Munagapati, V. S. y colaboradores estudiaron la adsorción de colorantes aniónicos (negro reactivo 5 y rojo Congo) en soluciones acuosas en contacto con el polvo de cáscara de plátano. Se determinó que el polvo de cáscara tiene una capacidad de remoción de 164.6 mg de colorante por gramo del material adsorbente bajo las condiciones óptimas de pH, tiempo de contacto, concentración de colorante y temperatura, por lo que el polvo de cascara de plátano es un adsorbente efectivo, de bajo costo y ecológico (Munagapati *et al.*, 2018).

En el mismo sentido, con el advenimiento de la Nanotecnología, en la última década, varios nanomateriales se han utilizado como adsorbentes eficaces, además de ser una alternativa a los adsorbentes convencionales (Thamer *et al.*, 2021).

1.4 Sistemas basados en nanotecnología para la remoción de colorantes

Los sistemas basados en nanotecnología ofrecen una alternativa económica para los países en desarrollo donde las instalaciones de tratamiento de agua y aguas residuales no existen o son deficientes. Estos son sistemas y/o procesos de baja energía que utilizan nanomateriales para reducir y/o eliminar contaminantes en el agua. Además, la mayoría de los sistemas basados en nanotecnología se pueden moldear para adaptarse a varios contaminantes orgánicos acuosos y tienen posibilidades de mejora debido a la maleabilidad de sus propiedades

(Adeleye *et al.*, 2016). A menudo, las nanotecnologías están libres de contaminación secundaria, son simples de operar, rentables, se esfuerzan por cumplir con los estándares de emisión y tienen bajos requisitos de equipo para una posible aplicación a gran escala (Hlongwane *et al.*, 2019).

Los nanomateriales utilizados en los sistemas basados en nanotecnología se refieren a materiales estructurados con al menos una dimensión menor a 100 nm o que tienen una dimensión o capa en una fina película o recubrimiento superficial en la nanoescala.

Por ejemplo, se han utilizado nanocompositos iónicos de quitosano/sílice con un tamaño de 10 a 100 nm para la adsorción del colorante orgánico azul de metileno (25 a 1000 mg/L) en soluciones acuosas con pH entre 3 a 8. Se demostró que la adsorción del azul de metileno era favorecida a pH básicos, posteriormente en base a los isotermas, se estableció que la adsorción del azul de metileno en el nanocomposito de quitosano/sílice se producía por la formación de monocapas por interacción directa con sitios de adsorción energéticamente equivalentes (Salama and Abou-Zeid, 2021).

En cuanto al uso de nanofibras como adsorbente, Huong y colaboradores (2020) estudiaron el uso de nanofibras de poliacrilonitrilo con albúmina de suero (tamaño de partículas de 400 a 600 nm) para la adsorción del colorante azul de toluidina. Se estableció que la nanofibra presentaba una capacidad de adsorción de 278.32 mg del colorante/g a un pH básico. Además, se hace mención que la tasa de adsorción del colorante en las nanofibras se favoreció a altas velocidades de

agitación. Cabe mencionar que las nanofibras exhiben varias características específicas, por ejemplo, alta porosidad, alta permeabilidad a los gases, alta relación área superficial-volumen de masa y alta capacidad de adsorción.

Otro nanomaterial utilizado en la adsorción de colorantes son los nanotubos de carbono. De Luca, P. y Nagy, J. B. (2020) estudiaron el uso de nanotubos de carbono (diámetro entre 15 a 20 nm) para la adsorción de negro reactivo 5. Se demostró que el tiempo de contacto, la agitación y la concentración inicial del colorante afectan la adsorción del colorante en los nanotubos. Además, se destaca la posible reutilización de los nanotubos.

Las nanopartículas también han sido utilizadas como adsorbentes de colorantes ya que al poseer una mayor área superficial, mejora la interacción con los contaminantes ambientales, además de ser estables, reutilizables, eficientes y de bajo costo. Zafar y colaboradores (Zafar *et al.*, 2019) utilizaron nanopartículas de óxido de zinc (tamaño de 75 a 150 nm) para la adsorción de colorantes azoicos (naranja de metilo y amaranto). Se determinó que, a pH de 6, la atracción electrostática entre los colorantes aniónicos y la carga positiva de las nanopartículas de ZnO podría ser el mecanismo de adsorción predominante y que la cantidad de nanopartículas metálicas, la velocidad de agitación y la temperatura lo modifican. Finalmente, propusieron que el modelo de Langmuir era el que mejor describía su adsorción, lo que significa que se da la formación de una monocapa sin interacciones entre el adsorbato y el adsorbente.

En la tabla V se puede observar un resumen del uso de nanomateriales para la remoción de colorantes contaminantes.

Tabla V. Nanomateriales usados en la remoción de colorantes.

Nanomaterial	Colorante	Resultado	Referencia
Nanocomposito iónico de quitosano/sílice	Azul de metileno	La capacidad máxima de adsorción alcanzó los 847.5 mg/g.	(Salama and Abou-Zeid, 2021).
Nanofibras de poliacrilonitrilo con albúmina de suero	Azul de toluidina	La capacidad máxima de adsorción alcanzó los 434.78 mg/g.	(Huong <i>et al.</i> , 2020).
Nanotubos de carbono	Negro reactivo-5	La capacidad máxima de adsorción alcanzó los 15 mg/g.	(De Luca and Nagy, 2020).
Nanopartículas metálicas de ZnO	Naranja de metilo Amaranto	La capacidad máxima de adsorción alcanzó los 65.2 y 75.9 mg/g para el amaranto y el naranja de metilo, respectivamente.	(Zafar <i>et al.</i> , 2019).

1.5 Antecedentes

Existen precedentes sobre la utilización de nanopartículas poliméricas (NP) para la remoción de colorantes contaminantes en muestras acuosas.

Se ha reportado la utilización de NP formadas con el biopolímero quitosano (tamaño de partícula de 7 a 30 nm) para la remoción de colorantes aniónicos (e.g. naranja de metilo, rojo disperso 13, remazol azul brillante, chicago azul cielo y naftol azul negro). Estas NP mostraron una capacidad máxima de adsorción de 300 mg de colorante/g. Es importante destacar que, en una mezcla de colorantes estudiados, la adsorción funcionaba para todos, aunque el mecanismo variaba con los diferentes grupos químicos de colorantes. Además, estas NP fueron estables un periodo de hasta 18 meses. Se estableció que, las NP formadas a partir del biopolímero quitosano podrían usarse como adsorbentes eficientes en el tratamiento de efluentes industriales (Shajahan *et al.*, 2017).

En relación con polímeros sintéticos, en un estudio previo dentro de nuestro grupo de trabajo, se demostró que NP catiónicas homogéneas, estables y con un tamaño de 109.07 nm presentaron un porcentaje de remoción del colorante rojo 40 del 37% (Rocha Miranda, 2021). Así mismo se estableció que la concentración de colorante y el tiempo de contacto afectaban el proceso de remoción de las NP poliméricas. Se concluyó que las NP tenían un potencial para ser utilizadas como material adsorbente de colorantes azoicos. En este contexto el objetivo del presente estudio es evaluar el proceso de remoción del colorante Tartrazina con las nanopartículas poliméricas a diferentes condiciones experimentales para determinar su capacidad adsorbente.

1.6 Justificación

En la actualidad, en México y en todo el mundo, la escasez de agua se ha convertido en un problema ambiental serio que amenaza el desarrollo sostenible. Diversos factores pueden contribuir a la escasez del agua, siendo la contaminación una de las causas principales. Esta contaminación se debe principalmente a industrias que generan enormes cantidades de aguas residuales contaminadas.

Entre los contaminantes más importantes están los colorantes sintéticos del tipo azo (-N=N-) como la Tartrazina, comúnmente utilizado en el procesamiento de alimentos y medicamentos. Su presencia en el medio ambiente altera el bioecosistema acuático al provocar sub-oxigenación, eutrofización y bioacumulación en peces. No obstante, la aplicación de métodos físicos y químicos para remover colorantes en aguas residuales se ve limitado por su alto costo, complejidad y generación de lodos y productos tóxicos.

En este contexto, las nanopartículas poliméricas surgen como una alternativa no convencional e innovadora para remover la Tartrazina, con el fin de establecer su uso potencial como material adsorbente para contaminantes emergentes.

1.7 Hipótesis

Las nanopartículas poliméricas permitirán la adsorción del colorante Tartrazina en agua.

1.8 Objetivo general

Evaluar la capacidad de adsorción de nanopartículas poliméricas para remover el colorante Tartrazina en agua.

1.9 Objetivos específicos

- Obtener y caracterizar fisicoquímicamente nanopartículas poliméricas obtenidas por la técnica de nanoprecipitación.
- Desarrollar y validar un método por Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución y detección UV-Vis para cuantificar el colorante Tartrazina.
- Evaluar el proceso de remoción del colorante Tartrazina con las nanopartículas poliméricas.

CAPÍTULO II

MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Material, equipo y reactivos

2.1.1 Material

- Sistema de filtración al vacío para el sistema de Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución, VWR Inc, U.S.A.
- Membranas nylon 0.45 y 0.22 μm , Merck Millipore, U.S.A.
- Viales y tapas con septa para el sistema de Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución, Agilent Technologies, U.S.A.
- Columna Zorbax Eclipse XDB-C₁₈ (2.1 x 150 mm, 5 μm , 80 Å), Agilent Technologies, U.S.A.
- Columna Luna PFP (2 x 150 mm, 5 μm , 100 Å), Phenomenex, U.S.A.

2.1.2 Equipo

- Equipo de filtración de agua, Purelab, Elga/UHQ IIMK3, U.S.A.
- Bomba de vacío, modelo 5KH33GN293KX, Marathon Electric®.
- Balanza analítica Ohaus, Pioneer PA214C, U.S.A.
- Rotavapor, Heidolph, Heizbad HB digit, Germany.
- Zetasizer Nanoseries, Nano-Zs90, Malvern Instruments, U.K.
- Ultracentrifuga, Labnet C2400-R, U.S.A.
- Placa de agitación, Thermo Scientific, U.S.A.
- Potenciometro Orion Star A211, Thermo Scientific, U.S.A.
- Espectrofotómetro Infrarrojo con Transformada de Fourier, Frontier Óptica, Perkin Elmer, U.S.A.

- Cromatografo de Líquidos series 1100, Hewlett Packard, equipado con desgasificador en línea, bomba cuaternaria, inyector automático, controlador de temperatura de columna y detector UV de longitud de onda variable, Germany.

2.1.3 Reactivos

- Polímeros: Eudragit® E-100, Eudragit® RL-100 y Eudragit® RS-100.
- Colorante Tartrazina, Sigma Aldrich®, grado HPLC.
- Acetona, Tedia®, grado HPLC.
- Isopropanol, Tedia®, grado HPLC.
- Metanol, Fermont®, grado HPLC.
- Agua Milli Q, Purelab, Elga/UHQ IIMK3, U.S.A.
- NaOH, J.T.Baker®.
- HCl, Jalmek®.
- Ácido fórmico, Merck®.
- Hidróxido de amonio, Desarrollo de Especialidades Químicas®.
- Lutrol F127NF.

2.2 Obtención y caracterización de NP estables por la técnica de nanoprecipitación

Para obtener NP se utilizó la técnica de nanoprecipitación (Fessi *et al.*, 1989). Brevemente, esta técnica consiste en una fase orgánica compuesta por un polímero disuelto en un solvente orgánico parcialmente miscible en agua que se incorpora en una fase acuosa en agitación constante.

Se partió de formulaciones previamente establecidas en el grupo de trabajo, las cuales se muestran en la tabla VI.

Tabla VI. Polímeros y solventes utilizados en la obtención de NP.

Polímero	Solventes	Referencia
E-100	Acetona:Isopropanol	(Silva Flores, 2019).
RL-100	Acetona	(Velázquez Dávila, 2011).
RS-100	Acetona	(Lugo Estrada, 2018).

Se eliminó el disolvente por evaporación a presión reducida para obtener las NP en dispersión acuosa. Cada formulación se realizó por triplicado.

Se determinó el tamaño de partícula y el índice de polidispersidad por espectroscopia de correlación fotónica en un ángulo de 90° así como el potencial zeta por microelectroforesis con láser Doppler con el equipo Nano-ZS90 Zetasizer marca Malvern Instruments® del Laboratorio de Química de la Facultad de Ciencias Biológicas. Además, se evaluó su densidad en una balanza analítica Ohaus, Pioneer y el pH en un potenciómetro Orion Star A211, Thermo Scientific. Se realizó por triplicado.

Para evaluar la estabilidad a largo plazo, las NP fueron colocadas en viales completamente cerrados y almacenados durante dos meses. En este periodo de tiempo se evaluó visualmente la apariencia física de las NP verificando la

ausencia de agregados y sedimentos. Además, se midió el tamaño de partícula e índice de polidispersidad. Con los datos se realizó una prueba estadística t de student.

2.3 Desarrollo y validación de un método analítico por Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución con detector UV-Visible para cuantificar el colorante Tartrazina

Para el desarrollo del método se probaron diferentes columnas y distintas composiciones de fase móvil, así como diversos flujos y temperaturas de columna. En todos los experimentos se utilizó un estándar de Tartrazina a 10 µg/mL y se analizó en dos tipos diferentes de columnas cromatográficas. La detección del analito se realizó a una longitud de onda de 426 nm. Todas las eluciones se llevaron a cabo en modo isocrático en un cromatógrafo de líquidos de alta resolución (CLAR) Hewlett Packard 1100. Como criterios para seleccionar el mejor método para el análisis de Tartrazina se evaluó el tiempo de retención y la simetría del pico.

Las fases móviles, acuosas y orgánicas, empleadas en el desarrollo del método fueron filtradas y sonicadas por 15 minutos para su desgasificación. En la tabla VII se muestran las columnas cromatográficas evaluadas, así como las variaciones de composición de fase móvil, temperatura, flujo y volumen de inyección.

Tabla VII. Condiciones cromatográficas evaluadas para el análisis de Tartrazina.

Método	Columna	Fase móvil	Volumen de inyección (µL)	Flujo (mL/min)	Temperatura de columna (°C)
1	Zorbax Eclipse XDB-C ₁₈ (2.1 x 150 mm, 5 µm, 80 Å)	Solución amortiguadora de formiatos (0.1 M, pH 4)-MeOH (85:15)	5	0.2	30
2				0.3	30
3				0.3	40
4	Luna PFP (2 x 150 mm, 5 µm, 100 Å)	Solución amortiguadora de formiatos (0.1 M, pH 4)-MeOH (90:10)	3	0.2	30
5				0.3	50
6		Solución amortiguadora de formiatos (0.1 M, pH 4)-MeOH (85:15)		0.45	50
7		Solución amortiguadora de formiatos (0.1 M, pH 4)-MeOH (85:15)		0.70	55

*Pentafluorofenilo

2.3.1 Validación del sistema

Para la validación del sistema se construyeron curvas de calibración de estándar externo mediante el empleo de estándares del colorante Tartrazina en un sistema compuesto por solución amortiguadora de formiatos a pH 4 y metanol. Los parámetros evaluados con base en la guía Eurachem fueron: linealidad, límite de detección (LDD), límite de cuantificación (LDC) y precisión (EURACHEM, 2016).

- Linealidad

Para determinar la linealidad se realizó una curva de calibración del colorante Tartrazina con cinco niveles de concentración (2, 10, 20, 40 y 80 $\mu\text{g/mL}$) por triplicado. Se analizaron las soluciones en un CLAR 1100 Hewlett Packard a una longitud de onda de 426 nm y se obtuvieron las áreas de las señales de los cromatogramas. Posteriormente se realizó un análisis de regresión lineal de las áreas obtenidas en función de la concentración y se obtuvo la ecuación de la recta.

Los criterios de linealidad establecidos para la curva de calibración fueron los siguientes:

- Coeficiente de determinación (R^2): nos indica la varianza total de la variable (área) respecto a la variación de la concentración. El coeficiente de determinación debe ser mayor a 0.99 de acuerdo con la guía Eurachem (EURACHEM, 2016).

- Límite de detección

Para establecer el límite de detección se utilizó la desviación estándar de la ordenada al origen y la pendiente obtenida a partir del análisis de regresión lineal.

El límite de detección se calculó con la siguiente fórmula:

$$LDD = \frac{3.3 \sigma}{m}$$

Ecuación 1.

LDD = Límite de detección

σ = desviación estándar de la ordenada al origen

m = pendiente

Posteriormente, se utilizó la ecuación de la recta para expresarlo en $\mu\text{g/mL}$.

- Límite de cuantificación

Para establecer el límite de cuantificación se utilizó la desviación estándar de la ordenada al origen y la pendiente obtenida a partir del análisis de regresión lineal.

El límite de cuantificación se calculó con la siguiente fórmula:

$$LDC = \frac{10 \sigma}{m}$$

Ecuación 2.

LDC = Límite de cuantificación

σ = desviación estándar de la ordenada al origen

m = pendiente

Posteriormente, se utilizó la ecuación de la recta para expresarlo en $\mu\text{g/mL}$.

- Precisión

La precisión se evaluó calculando el porcentaje de desviación estándar relativa (%DER) de las respuestas correspondientes a cada nivel de la curva, siguiendo la fórmula:

$$\%DER = \frac{S}{\bar{X}} \times 100 \quad \text{Ecuación 3.}$$

%DER = Desviación estándar relativa en porcentaje

S = Desviación estándar de las respuestas

\bar{X} = Media de las respuestas

2.3.2 Validación del método

Para la validación del método se utilizaron estándares del colorante Tartrazina de manera independiente en un sistema compuesto por solución amortiguadora de formiatos a pH 4 y metanol, adicionando una matriz de NP. Los parámetros evaluados con base en la guía Eurachem fueron: linealidad, límite de detección (LDD), límite de cuantificación (LDC), precisión y exactitud (EURACHEM, 2016).

- Linealidad

Para determinar la linealidad se realizó una curva de calibración del colorante Tartrazina con seis niveles de concentración (2, 5, 10, 20, 40 y 60 µg/mL) por triplicado. Se analizaron las soluciones en un CLAR 1100 Hewlett Packard a una longitud de onda de 426 nm y se obtuvieron las áreas de las señales de los

cromatogramas. Posteriormente se realizó un análisis de regresión lineal de las áreas obtenidas en función de la concentración y se obtuvo la ecuación de la recta.

Los criterios de linealidad establecidos para la curva de calibración fueron los siguientes:

- Coeficiente de determinación (R^2): nos indica la varianza total de la variable (área) respecto a la variación de la concentración. El coeficiente de determinación debe ser mayor a 0.99 de acuerdo con la guía Eurachem (EURACHEM, 2016).

- Límite de detección

Para establecer el límite de detección se utilizó la desviación estándar de la ordenada al origen y la pendiente obtenida a partir del análisis de regresión lineal.

El límite de detección se calculó con la siguiente fórmula:

$$LDD = \frac{3.3 \sigma}{m} \quad \text{Ecuación 1.}$$

LDD = Límite de detección

σ = desviación estándar de la ordenada al origen

m = pendiente

Posteriormente, se utilizó la ecuación de la recta para expresarlo en $\mu\text{g/mL}$.

- Límite de cuantificación

Para establecer el límite de cuantificación se utilizó la desviación estándar de la ordenada al origen y la pendiente obtenida a partir del análisis de regresión lineal.

El límite de cuantificación se calculó con la siguiente fórmula:

$$LDC = \frac{10 \sigma}{m}$$

Ecuación 2.

LDC = Límite de cuantificación

σ = desviación estándar de la ordenada al origen

m = pendiente

Posteriormente, se utilizó la ecuación de la recta para expresarlo en $\mu\text{g/mL}$.

- Precisión

La precisión se evaluó con el cálculo del porcentaje de desviación estándar relativa (%DER) de las respuestas correspondientes a cada nivel de la curva, siguiendo la fórmula:

$$\%DER = \frac{S}{\bar{X}} \times 100$$

Ecuación 3.

%DER = Desviación estándar relativa en porcentaje

S = Desviación estándar de las respuestas

\bar{X} = Media de las respuestas

- Exactitud

La exactitud se evaluó con la pendiente y el coeficiente de determinación obtenidos a partir del análisis de mínimos cuadrados de la concentración calculada en función de la concentración real de los estándares. Para esto, se recalcó la concentración de los estándares utilizando la ecuación de la recta obtenida a partir de la curva de calibración.

2.4 Evaluación del proceso de remoción del colorante Tartrazina por las nanopartículas poliméricas a diferentes condiciones experimentales

Se llevaron a cabo experimentos para establecer las mejores condiciones de remoción del colorante Tartrazina utilizando las NP. Estos experimentos se realizaron a una temperatura ambiente de $25 \pm 1^\circ\text{C}$ y una velocidad de agitación de 60 rpm. Se evaluaron varias condiciones, incluyendo el pH, el tiempo de contacto entre el colorante y las NP, la cantidad de polímero formador de NP y la concentración inicial del colorante Tartrazina.

2.4.1 Estudio por espectrofotometría infrarroja

Se realizó un estudio por espectrofotometría infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) en un equipo Frontier Óptica de Perkin Elmer para observar la interacción entre el colorante Tartrazina y las NP. Para esto se adicionaron 0.5 mL de la suspensión de NP formadas a partir de los tres polímeros a una solución estándar de Tartrazina (pH 4.6) en condiciones previamente establecidas en el grupo de trabajo (15 minutos a 60 rpm) (Rocha Miranda, 2021). Posteriormente, se centrifugó y la pastilla se analizó por FTIR.

2.4.2 Selección del polímero formador de NP

Para seleccionar el polímero formador de NP, estas se pusieron en contacto con el colorante Tartrazina a dos condiciones experimentales. Se tomó como criterios de selección la formación y el color de la pastilla.

2.4.3 Variable de pH

Se prepararon soluciones estándar del colorante Tartrazina con una concentración inicial de 80 $\mu\text{g/mL}$ (Rocha Miranda, 2021). Para obtener los valores de pH requeridos (4.5, 5.5 y 6.5), se ajustó la solución estándar agregando NaOH 0.5 M o HCl 0.1 M. La medición precisa de los valores de pH se realizó utilizando un potenciómetro Orion Star A211 de Thermo Scientific.

Posteriormente, se agregó un volumen constante de la suspensión de NP a las soluciones de colorante Tartrazina con diferentes valores de pH, y se homogeneizó. Se evaluó a tiempos de contacto de 5, 10, 15 y 30 minutos individualmente y por triplicado.

Una vez transcurrido el tiempo, las NP se separaron mediante centrifugación bajo condiciones previamente establecidas en el grupo de trabajo (Rocha Miranda, 2021). Posteriormente, se recuperó el sobrenadante y se llevó a un volumen final de 1 mL, se filtró y se determinó el área por CLAR a una longitud de onda de 426 nm.

Para cuantificar el colorante Tartrazina, se utilizó la curva de calibración previamente validada (2.5.2). Finalmente, se realizó un análisis indirecto de la concentración del colorante Tartrazina en la pastilla mediante el cálculo de la

diferencia de concentración con respecto al sobrenadante. Posteriormente, se construyeron las gráficas en función del tiempo de contacto.

2.4.4 Variable de cantidad de nanopartículas

Se preparó una solución estándar del colorante Tartrazina con una concentración inicial de 80 µg/mL en una solución acuosa al pH establecido. Posteriormente, se agregó un volumen constante de las suspensiones de NP con diferentes cantidades de polímero formador de NP (4.37, 5.83, 8.75 mg) a las soluciones de colorante Tartrazina y se homogeneizó. Se evaluó a tiempos de contacto de 5, 10, 15 y 30 minutos individualmente y por triplicado.

Una vez transcurrido el tiempo, las NP se separaron mediante centrifugación bajo condiciones previamente establecidas en el grupo de trabajo (Rocha Miranda, 2021). Posteriormente, se recuperó el sobrenadante y se llevó a un volumen final de 1 mL, se filtró y se determinó el área por CLAR a una longitud de onda de 426 nm.

Para cuantificar el colorante Tartrazina, se utilizó la curva de calibración previamente validada (2.5.2). Finalmente, se realizó un análisis indirecto de la concentración del colorante Tartrazina en la pastilla mediante el cálculo de la diferencia de concentración con respecto al sobrenadante. Posteriormente, se construyeron las gráficas en función del tiempo de contacto.

2.4.5 Variable de concentración inicial del colorante Tartrazina

Se prepararon soluciones estándar del colorante Tartrazina a concentraciones de 100, 120, 160 y 240 µg/mL en una solución acuosa a pH 4.5. Posteriormente, se

agregó un volumen constante de la suspensión de NP a las soluciones de colorante Tartrazina a las diferentes concentraciones y se homogeneizó. Se evaluó a tiempos de contacto de 5, 10, 15 y 30 minutos individualmente y por triplicado.

Una vez transcurrido el tiempo, las NP se separaron mediante centrifugación bajo condiciones previamente establecidas en el grupo de trabajo (Rocha Miranda, 2021). Posteriormente, se recuperó el sobrenadante y se llevó a un volumen final de 1 mL, se filtró y se determinó el área por CLAR a una longitud de onda de 426 nm.

Para cuantificar el colorante Tartrazina, se utilizó la curva de calibración previamente validada (2.5.2). Finalmente, se realizó un análisis indirecto de la concentración del colorante Tartrazina en la pastilla mediante el cálculo de la diferencia de concentración con respecto al sobrenadante. Posteriormente, se construyeron las gráficas en función del tiempo de contacto.

2.4.6 Isotermas de adsorción

Las relaciones de equilibrio entre el adsorbato y el adsorbente se determinan mediante isotermas de adsorción, que representan el equilibrio de la cantidad adsorbida y la cantidad residual en la solución a una temperatura constante (Khader, Mohammed and Albayati, 2021). Para describir este equilibrio es importante determinar el modelo de ajuste más adecuado, para lo que se deben comparar los datos experimentales obtenidos con varios modelos disponibles.

En este estudio, se examinaron dos modelos de isothermas: el modelo de Langmuir y el modelo de Freundlich. El modelo de Langmuir se basa en la siguiente ecuación (Sahnoun *et al.*, 2018):

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{C_e}{Q_{max}} + \frac{1}{K_L Q_{max}}$$

Ecuación 4.

q_e = capacidad de adsorción en equilibrio (mg/g)

C_e = concentración de tartrazina en equilibrio ($\mu\text{g/mL}$)

K_L = constante de Langmuir ($\mu\text{g/mL}$)

Q_{max} = capacidad máxima de adsorción (mg/g)

Este modelo establece que el adsorbente tiene sitios finitos que pueden ser ocupados por el adsorbato.

Por otro lado, el modelo de Freundlich es otro enfoque utilizado para describir la adsorción y se expresa mediante la ecuación (Alizadeh Fard *et al.*, 2017):

$$\text{Log}q_e = \text{Log}K_F + \left(\frac{1}{n}\right)\text{Log}C_e$$

Ecuación 5.

q_e = capacidad de adsorción en equilibrio (mg/g)

C_e = concentración de tartrazina en equilibrio ($\mu\text{g/mL}$)

K_F = capacidad de adsorción a concentración unitaria

$\frac{1}{n}$ = intensidad de adsorción

Este modelo establece que el adsorbente lleva a cabo una adsorción multicapa en una superficie heterogénea.

CAPITULO III

RESULTADOS

3.1 Obtención y caracterización fisicoquímica de NP estables por la técnica de nanoprecipitación

Para la obtención de las NP estables se empleó la técnica de nanoprecipitación. En la tabla VI se muestran los polímeros y disolventes utilizados. Se realizó la caracterización fisicoquímica de las NP obtenidas con los tres polímeros (E-100, RL-100 y RS-100). Los resultados del tamaño de la NP, el índice de polidispersidad (IP), el potencial zeta, así como la densidad y el pH se observan en la tabla VIII.

Tabla VIII. Caracterización fisicoquímica de las NP.

Evaluación	E-100	RL-100	RS-100
Tamaño de partícula (nm)	165.8 ± 9.2	90.2 ± 8.1	156.1 ± 4.5
Índice de polidispersidad	0.158 ± 0.011	0.184 ± 0.019	0.162 ± 0.027
Potencial zeta (mV)	41.46 ± 1.17	37.03 ± 0.23	40.63 ± 1.53
Densidad (g/L)	1.01 ± 0.01	1.03 ± 0.02	1.01 ± 0.01
pH	7.53 ± 0.09	5.90 ± 0.48	5.43 ± 0.55

($\bar{x} \pm \sigma$); n=3

En cuanto a la evaluación de la estabilidad de las NP a dos meses, en la tabla IX se muestran los resultados de la apariencia física, así como de la diferencia de tamaño.

Tabla IX. Estabilidad de las NP a dos meses.

Evaluación	E-100	RL-100	RS-100
Agregados y/o sedimentos	No se presentaron	No se presentaron	No se presentaron
Diferencia de tamaño ($p > 0.05$)*	No hay diferencia significativa	No hay diferencia significativa	No hay diferencia significativa

*prueba t de student; n=3

3.2 Desarrollo y validación de un método analítico por Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución con detector UV-Visible para cuantificar el colorante Tartrazina

En la tabla X se presentan los tiempos de retención y la simetría obtenidos para la Tartrazina en las condiciones evaluadas.

Tabla X. Tiempos de retención obtenidos para la Tartrazina a diferentes condiciones evaluadas.

Método	Columna	Fase móvil	Flujo (mL/min)	Temperatura de columna (°C)	Tiempo de retención (min)	Simetría
1	Zorbax Eclipse XDB-C ₁₈ (2.1 x 150 mm)	Solución amortiguadora de formiatos (0.1 M, pH 4)-MeOH (85:15)	0.2	30	4.73	0.45
2			0.3	30	3.17	0.48
3			0.3	40	2.41	0.53
4	Luna PFP (2 x 150 mm)	Solución amortiguadora de formiatos (0.1 M, pH 4)-MeOH (90:10)	0.2	30	3.73	0.58
5			0.3	50	1.64	0.56
6		Solución amortiguadora de formiatos (0.1 M, pH 4)-MeOH (85:15)	0.45	50	1.62	0.62
7		Solución amortiguadora de formiatos (0.1 M, pH 4)-MeOH (85:15)	0.70	55	7.52	0.82

*Pentafluorofenilo

3.2.1 Validación del sistema

Para la validación del sistema se realizó un análisis estadístico de regresión lineal de las áreas obtenidas en función de la concentración para construir una curva de calibración, la cual se muestra en la figura 2.

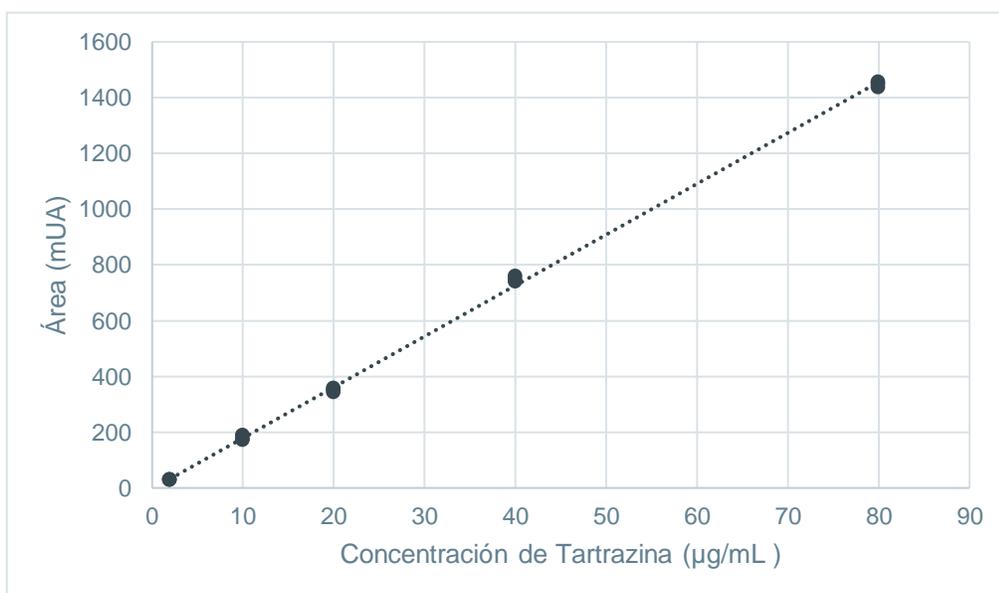


Figura 2. Curva de calibración del colorante Tartrazina en la validación del sistema.

Se determinaron los parámetros de validación en base a la norma Eurachem, estos parámetros fueron: linealidad, límite de detección, límite de cuantificación y precisión. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla XI (EURACHEM, 2016).

Tabla XI. Parámetros de validación del sistema para cuantificar el colorante Tartrazina.

Parámetro	Resultado	Referencia (EURACHEM, 2016)
Linealidad (R^2)	0.9993	> 0.99
LDD ($\mu\text{g/mL}$)	0.11	< Concentración más baja del intervalo de trabajo
LDC ($\mu\text{g/mL}$)	0.36	< Concentración más baja del intervalo de trabajo
Precisión (%DER)	0.64 - 5.18	< 15%

3.2.2 Validación del método

Para la validación del método se adicionó un volumen constante de matriz de NP purificadas a los estándares. Se realizó un análisis estadístico de regresión lineal de las áreas obtenidas en función de la concentración para construir una curva de calibración, la cual se muestra en la figura 3.

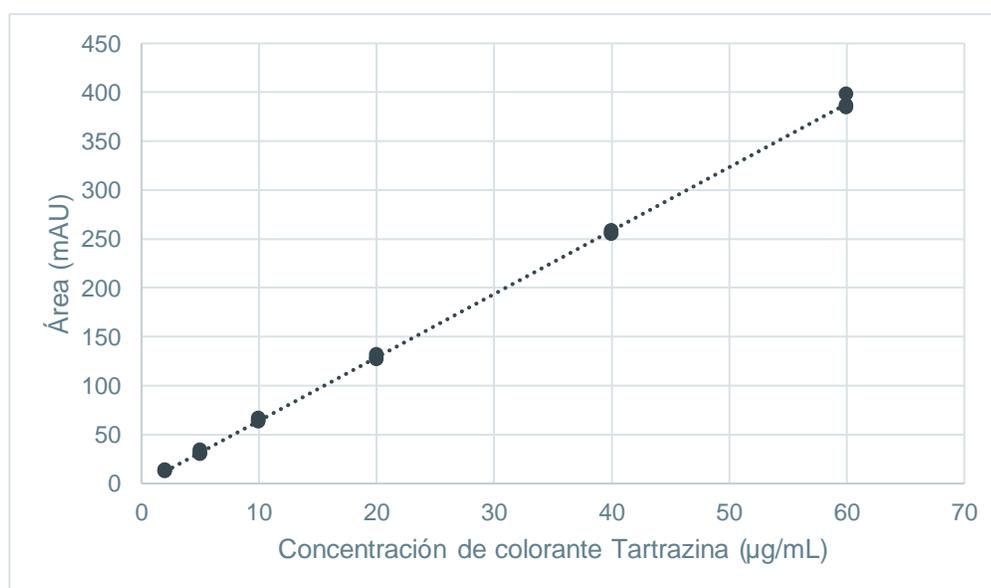


Figura 3. Curva de calibración del colorante Tartrazina en la validación del método.

Se determinaron los parámetros de validación en base a la norma Eurachem, estos parámetros fueron: linealidad, límite de detección, límite de cuantificación precisión y exactitud. Los resultados obtenidos para estos parámetros se muestran en la tabla XII (EURACHEM, 2016).

Tabla XII. Parámetros de validación del método para cuantificar el colorante Tartrazina.

Parámetro	Resultado	Referencia (EURACHEM, 2016)
Linealidad (R^2)	0.9995	> 0.99
LDD ($\mu\text{g/mL}$)	0.65	< Concentración más baja del intervalo de trabajo
LDC ($\mu\text{g/mL}$)	1.98	< Concentración más baja del intervalo de trabajo
Precisión (%DER)	0.64 – 6.98	< 15%
Exactitud (R^2 y m)	$R^2 = 0.9995$ m = 1.0016	Valor cercano a la unidad

3.3 Evaluación del proceso de remoción del colorante Tartrazina por las nanopartículas poliméricas a diferentes condiciones experimentales

3.3.1 Estudio por espectrofotometría infrarroja

El análisis de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) de las muestras se llevó a cabo en el intervalo de 400–4000 cm^{-1} utilizando 10 acumulaciones. Los espectros se muestran en las figuras 4-6.

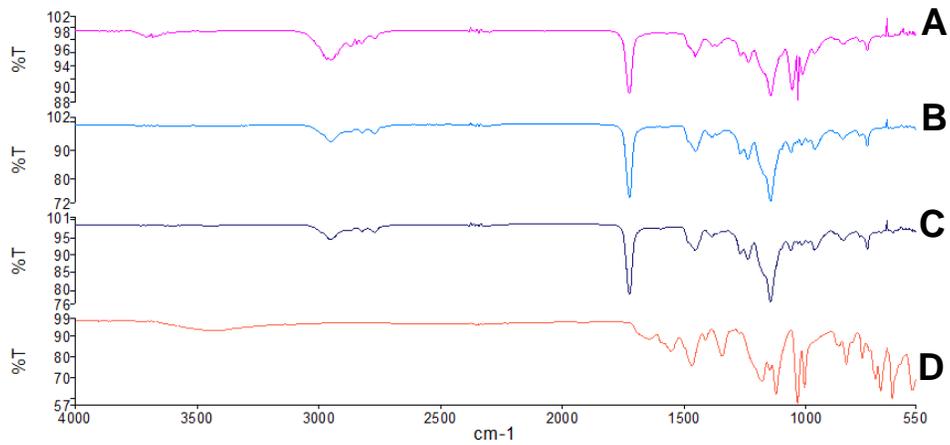


Figura 4. Espectro infrarrojo de NP formadas a partir del polímero E-100. A: polímero. B: NP formadas. C: NP con colorante. D: colorante Tartrazina.

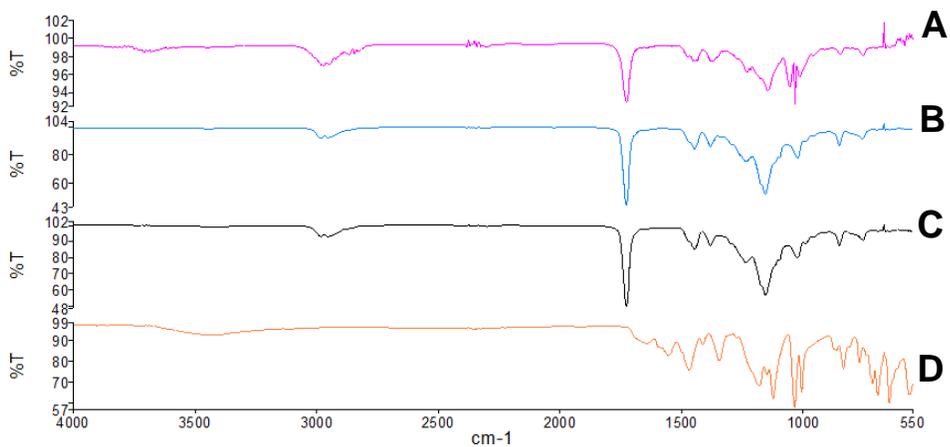


Figura 5. Espectro infrarrojo de NP formadas a partir del polímero RL-100. A: polímero. B: NP formadas. C: NP con colorante. D: colorante Tartrazina.

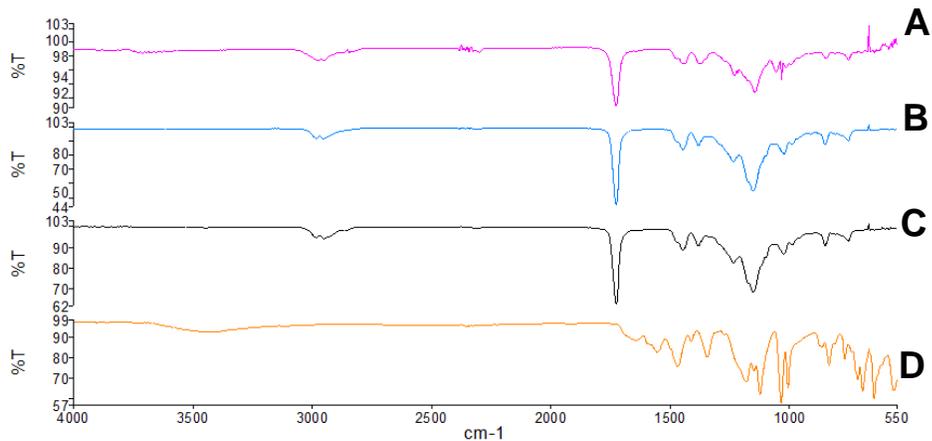


Figura 6. Espectro infrarrojo de NP formadas a partir del polímero RS-100. A: polímero. B: NP formadas. C: NP con colorante. D: colorante Tartrazina.

3.3.2 Selección de polímero formador de NP

En la figura 7 se muestran las pastillas obtenidas por centrifugación con los polímeros E-100, RS-100 y RL-100 a la primera condición experimental.

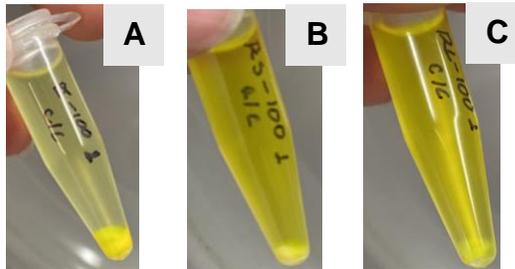


Figura 7. Pastillas obtenidas a la primera condición experimental. A: polímero E-100. B: polímero RS-100. C: polímero RL-100.

En la figura 8 se muestran las pastillas obtenidas por centrifugación con los mismos tres polímeros a la segunda condición experimental.

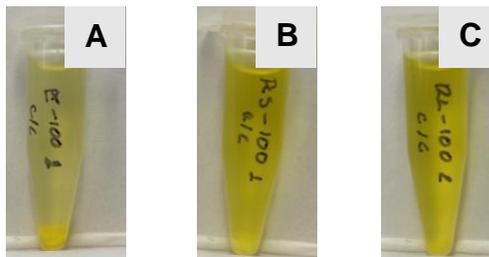


Figura 8. Pastillas obtenidas a la segunda condición experimental. A: polímero E-100. B: polímero RS-100. C: polímero RL-100.

En la tabla XIII se muestran los resultados de las características físicas de las pastillas obtenidas después de centrifugación de las NP formadas con los tres polímeros.

Tabla XIII. Evaluación de la pastilla a diferentes condiciones de pH.

Pastilla/ Polímero	Primera condición experimental			Segunda condición experimental		
	E-100	RS-100	RL-100	E-100	RS-100	RL-100
Formación	Abundante	Moderado	Moderado	Abundante	Escaso	Escaso
Color	Intenso	Moderado	Moderado	Intenso	Pálido	Pálido

Se seleccionaron las NP formadas a partir del polímero E-100 para los experimentos siguientes.

3.3.3 Variable de pH

Se realizó un análisis indirecto de la concentración del colorante Tartrazina en la pastilla por la diferencia de concentración con respecto al sobrenadante. Los resultados se muestran en la figura 9.

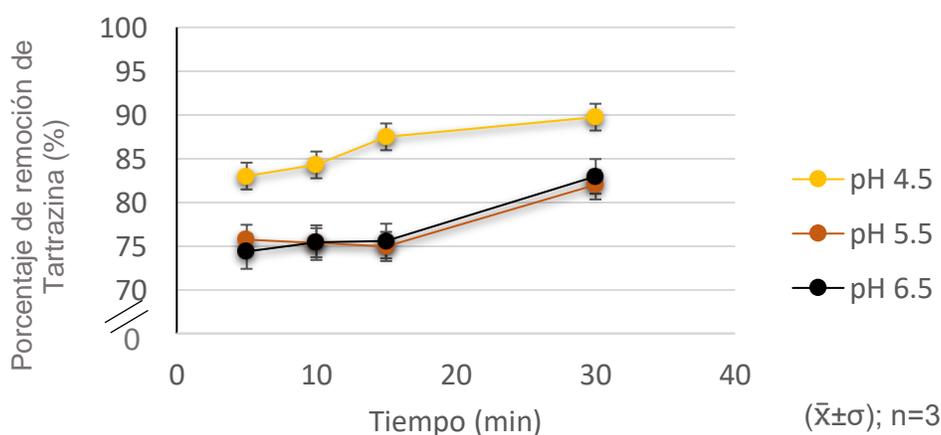


Figura 9. Efecto del pH en la remoción del colorante Tartrazina (condiciones: concentración inicial = 80 $\mu\text{g/mL}$; cantidad de NP = 5.83 mg; velocidad de agitación = 60 rpm; T = 25°C).

Se seleccionó el pH de 4.5 para realizar los experimentos de la siguiente variable.

3.3.4 Variable de cantidad de nanopartículas

Se varió la cantidad de polímero formador de NP en un intervalo de 4.37 a 8.74 mg. Se realizó un análisis indirecto de la concentración del colorante Tartrazina en la pastilla por la diferencia de concentración con respecto al sobrenadante. Los resultados se presentan en la figura 10.

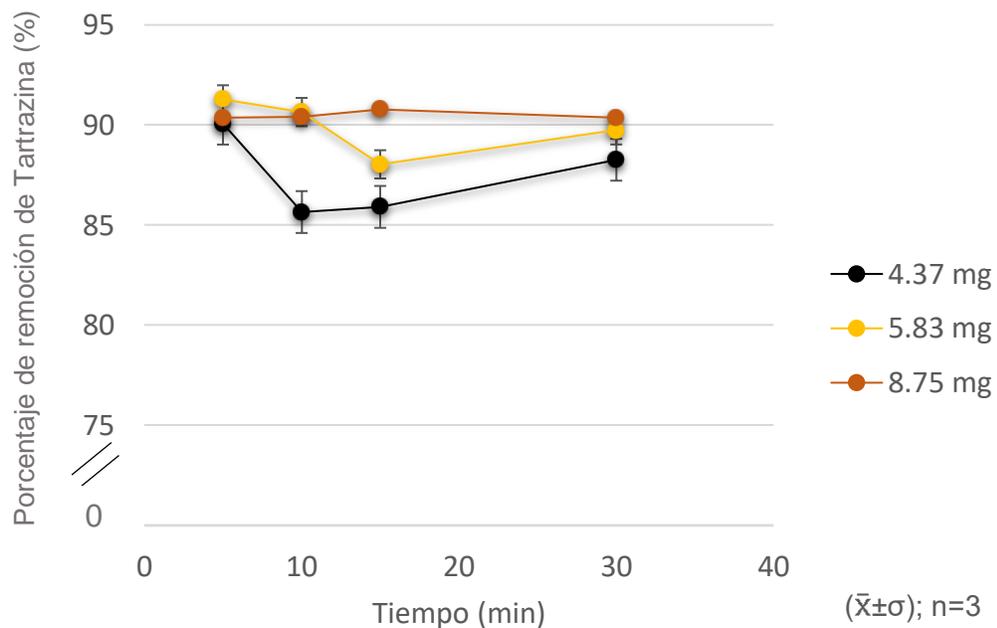


Figura 10. Efecto de la cantidad de adsorbente en la remoción del colorante Tartrazina (condiciones: concentración inicial = 80 $\mu\text{g/mL}$; pH = 4.5; velocidad de agitación = 60 rpm; T = 25°C).

Se seleccionó la cantidad de 5.83 mg de polímero formador de NP para realizar los experimentos de la siguiente variable.

3.3.5 Variable de concentración inicial del colorante Tartrazina

En este caso se varió la concentración inicial de Tartrazina en un intervalo de 100 a 240 $\mu\text{g/mL}$. Se realizó un análisis indirecto de la concentración del colorante

Tartrazina en la pastilla por la diferencia de concentración con respecto al sobrenadante. Los resultados se muestran en la figura 11.

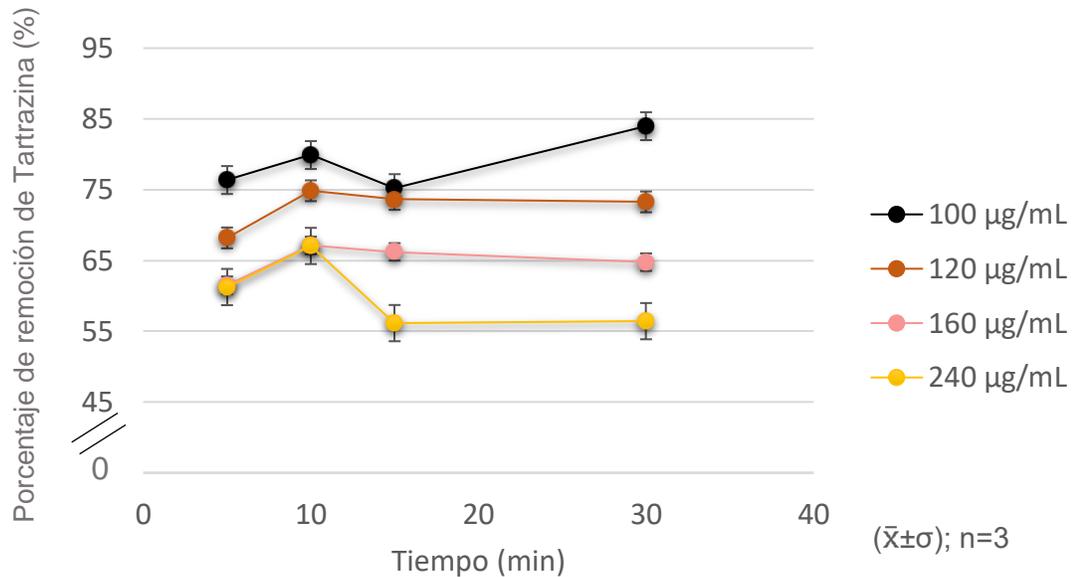


Figura 11. Efecto de la concentración inicial del colorante Tartrazina en la remoción (condiciones: pH = 4.5; cantidad de NP= 5.83 mg; velocidad de agitación = 60 rpm; T = 25°C).

Se estableció un tiempo de equilibrio dinámico de 15 minutos.

3.3.6 Isotermas de adsorción

Se utilizó la forma lineal de las ecuaciones de Langmuir y Freundlich para construir las curvas de adsorción, las cuales se presentan en las figuras 12 y 13.

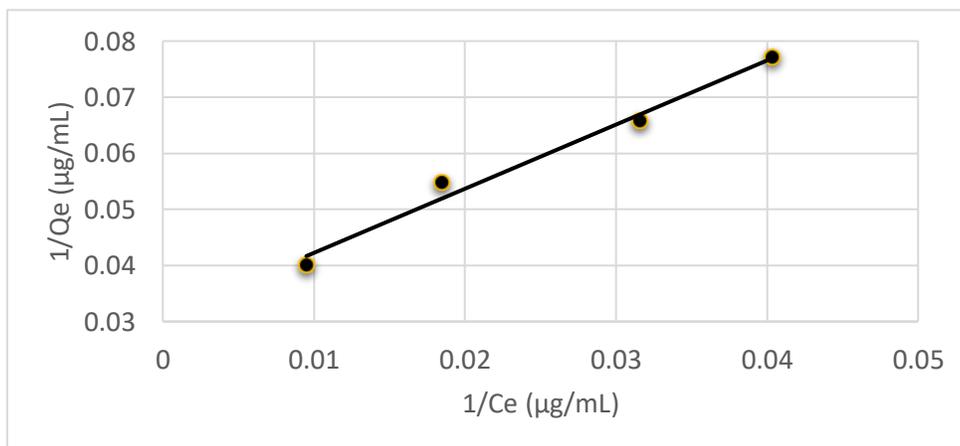


Figura 12. Curva de adsorción de Langmuir para las NP.

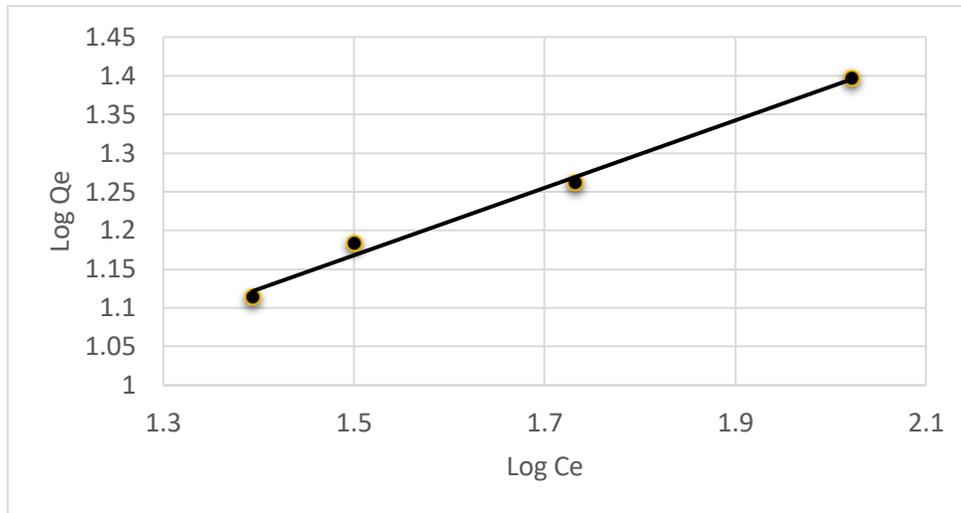


Figura 13. Curva de adsorción de Freundlich para las NP.

A partir de estas gráficas se calcularon los parámetros de cada modelo, los cuales se presentan en la tabla XIV.

Tabla XIV. Parámetros de los isotermas de adsorción según Langmuir y Freundlich.

Modelo	Langmuir				Freundlich		
	Q_{max} (mg/g)	K_L ($\mu\text{g/mL}$)	R_L	R^2	K_F	$1/n$	R^2
Resultado	32.46	0.0269	0.188	0.9838	3.26	0.4358	0.9919

CAPÍTULO IV

DISCUSIÓN

4.1 Obtención y caracterización de NP estables por la técnica de nanoprecipitación

La obtención de NP estables se realizó utilizando la técnica de nanoprecipitación descrita por Fessi y colaboradores (1989). En esta técnica, se pone en contacto la fase orgánica que contiene el polímero formador de NP con la fase acuosa mediante agitación magnética. Cuando ambas fases entran en contacto, el disolvente miscible en agua difunde desde la fase orgánica hacia la fase acuosa, llevando consigo las cadenas poliméricas que están en solución. Posteriormente, a medida que el disolvente difunde en la fase acuosa, las cadenas poliméricas se agregan, lo que permite la formación de las NP (Galindo-Rodriguez *et al.*, 2004).

Para obtener las NP, se partió de formulaciones preestablecidas dentro del grupo de investigación (Tabla VI). Se emplearon tres polímeros de la marca Eudragit®: E-100, RL-100 y RS-100. Estos polímeros son copolímeros biocompatibles y solubles en disolventes orgánicos (Anexo A).

En cuanto a las características de los polímeros, es importante destacar que el polímero E-100 es un copolímero básico del ácido metacrílico (Anexo A), compuesto por grupos dimetilaminoetil metacrilato (DMAE), n-butil metacrilato y metil metacrilato en una proporción molar de 2:1:1 (Dallos, Manzo and Baena, 2019). Por otro lado, los polímeros RL-100 y RS-100 son copolímeros de acrilato

de etilo, metacrilato de metilo y presentan un bajo contenido de un éster de ácido metacrílico. La principal diferencia entre el polímero E-100 y los polímeros RL-100 y RS-100 radica en la presencia de grupos de amonio cuaternario (cloruro de metacrilato de trimetilamonioetilo) en estos últimos, lo cual les confiere hidrofiliidad. Además, los polímeros RL-100 y RS-100 difieren en su relación molar de acrilato de etilo, metacrilato de metilo y metacrilato de trimetilamonioetilo. El polímero RS-100 tiene una relación molar de 1:2:0.1, mientras que el polímero RL-100 tiene una relación molar de 1:2:0.2 (Evonik Industries AG, 2011). Esta diferencia hace que el polímero RL-100 tenga una mayor cantidad de grupos de amonio cuaternario, lo que aumenta la difusión de sus cadenas poliméricas a través de la fase acuosa durante la formación de las NP. A su vez, durante la agregación del polímero, la cantidad de cadenas disponibles por unidad de volumen es menor en el caso del polímero RL-100, lo que resulta en un tamaño más reducido de las NP (Velázquez Dávila, 2011).

Para la caracterización fisicoquímica de las NP obtenidas, se llevó a cabo el análisis del tamaño, índice de polidispersidad, potencial z, densidad y pH. En cuanto al tamaño de las NP (Tabla VIII), se observa que al utilizar el polímero E-100 se obtiene un tamaño de 165.8 ± 9.2 nm, mientras que con el polímero RS-100 es de 156.1 ± 4.5 nm, a diferencia del polímero RL-100 que presenta un tamaño de 90.2 ± 8.1 nm. Estos resultados son inferiores a los reportados por Silva, P. (2019), quien utilizó NP formadas con el polímero E-100 y obtuvo un tamaño de 238.50 ± 1.56 nm. Esta diferencia podría ser atribuida al proceso de purificación de las NP ya que Silva y colaboradores emplearon un sistema de

diálisis a diferencia de este estudio donde se utilizó destilación a presión reducida.

En otro estudio realizado por Velázquez y colaboradores (2011), se explica que el aumento de la cantidad de polímero en la fase orgánica conduce a un incremento en el tamaño de las NP. Además, se menciona que, en el caso del polímero RS-100, se obtienen NP con un tamaño mayor en comparación con el RL-100, utilizando la misma concentración del polímero en la fase orgánica. El tamaño de las NP juega un papel importante en el proceso de remoción, ya que, a medida que el tamaño de las NP disminuye, el área superficial específica aumenta, por lo que mayor será la cantidad de sitios de adsorción disponibles para interactuar con el adsorbato, es decir con el colorante Tartrazina. Así, se podría aumentar la capacidad de adsorción y mejorar la eficiencia del proceso de remoción (Nait-Merzoug *et al.*, 2017).

Con respecto al índice de polidispersidad (IP), este parámetro está relacionado con la uniformidad de las partículas presentes en el sistema. Los valores de IP varían de 0 a 1, siendo valores cercanos a 1 indicativos de una distribución de tamaño menos uniforme, mientras que valores cercanos a 0 indican que la muestra es monodispersa. Valores inferiores a 0.2 se consideran como aceptables (Galindo-Rodríguez *et al.*, 2004). En la Tabla VIII se puede observar que los valores de IP de las tres formulaciones estuvieron por debajo de 0.2, lo que indica que las NP presentaron una distribución de tamaño homogénea.

El potencial zeta es una medida de la magnitud de la repulsión o atracción electrostática en sistemas coloidales (Honary and Zahir, 2013). Un valor relativamente alto de potencial zeta, considerado como ± 30 mV, favorece la estabilidad fisicoquímica de la suspensión coloidal, ya que las fuerzas repulsivas tienden a prevenir la agregación de las NP por la colisión ocasional con NP adyacentes (Zielinska *et al.*, 2020). En la tabla VIII se observa que los valores del potencial zeta para las tres formulaciones son mayores a +30 mV, lo que indica que poseen una carga superficial positiva y una buena estabilidad fisicoquímica. Este potencial zeta podría afectar la interacción electrostática entre las NP y las moléculas del colorante Tartrazina. Si las NP tienen un potencial zeta cargado positivamente y las moléculas de la Tartrazina están cargadas negativamente, se podría facilitar su interacción debido a la atracción electrostática entre ellas (Honary and Zahir, 2013).

La densidad y el pH son factores que influyen en la estabilidad de las NP en suspensión. Una densidad similar a la del medio dispersante disminuirá la sedimentación y la aglomeración, lo que favorecerá la estabilidad coloidal a largo plazo (Zielinska *et al.*, 2020). En este caso, todas las formulaciones tuvieron valores de densidad cercanos a 1 (Tabla VIII), que es el mismo valor de densidad del agua, el medio dispersante, lo que favorecerá la estabilidad. Es importante mencionar que el pH del medio puede influir sobre el potencial zeta y por ende, sobre la estabilidad electrostática de la formulación (Zielinska *et al.*, 2020). En este estudio, las NP formadas a partir del polímero E-100 tuvieron un valor de pH de 7.53 ± 0.09 , mientras que las NP formadas a partir de los polímeros RL-100 y

RS-100 tuvieron valores de pH cercanos a 5 (Tabla VIII). Se observó que las NP formadas a partir del polímero E-100 presentaron el mayor valor en el potencial z, lo que concuerda con el valor de pH.

Finalmente, se realizó una evaluación macroscópica de las formulaciones purificadas y se observó que después de dos meses ninguna de las formulaciones de NP presentaba agregados y/o sedimentos (Tabla IX), además su tamaño no mostró diferencias significativas (prueba t de student). La estabilidad de las NP como material adsorbente, contribuiría a la remoción homogénea del colorante Tartrazina.

4.2 Desarrollo y validación de un método analítico por Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución con detector UV-Visible para cuantificar el colorante Tartrazina

Con el propósito de cuantificar el colorante Tartrazina removido por las NP, se desarrolló un método analítico por Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución con detector UV-Visible (CLAR-UV-Vis). La técnica de CLAR-UV-Vis ya ha sido utilizada para cuantificar el colorante Tartrazina. Thermo Scientific en una guía para análisis de colorantes en bebidas y comidas, validaron un método para la separación y cuantificación de varios colorantes, entre ellos el colorante Tartrazina. Entre las ventajas de utilizar la CLAR-UV-Vis se menciona que es una técnica relativamente rápida, en la cual los colorantes presentan buena retención en columnas de fase reversa, así como una fuerte absorbancia en UV-Vis (Fisher Scientific Inc, 2016).

Con base en estudios previos (Dinç *et al.*, 2006; Šuleková, Hudák and Smřcová, 2016; Chen *et al.*, 2019; Lestari, A.D., Rohman, A. and Martono, 2020) en una primera etapa se utilizó como fase estacionaria una columna Zorbax Eclipse XDB-C18. La fase móvil fue 85% solución amortiguadora de formiatos (0.1 M, pH 4) y 15% metanol.

El pico cromatográfico obtenido del estándar de Tartrazina (pH 4) fue ancho y con baja simetría. A pesar de modificar el flujo de la fase móvil y la temperatura de la columna, no mejoró la simetría (Tabla X). Esto puede deberse a que la columna Zorbax Eclipse XDB-C18 tiene una monocapa extra densa de silano C18 que a pH 7 mejora la forma del pico cromatográfico en compuestos polares como la Tartrazina, es decir favorecería la simetría y ancho del pico (Agilent Technologies Inc, 2005). Sin embargo, al tener una monocapa extra densa de silano en la columna, se favoreció la formación de interacciones de puentes de hidrógeno con las moléculas de Tartrazina, aumentando así el tiempo de retención y, por ende, el ancho del pico.

Cabe mencionar que la Tartrazina se analizó a un pH de 4 para dar prioridad a la ionización del grupo del ácido sulfónico ($pK_a = 2$), uno de sus tres grupos ionizables (Figura 1) (Sahnoun *et al.*, 2018). Los otros dos grupos ionizables de la Tartrazina son el grupo acetato ($pK_a = 5$) y el grupo azo ($pK_a = 10.86$), que es un cromóforo, es decir, es una especie química que tiene electrones capaces de absorber radiación UV-Visible y excitarse a diferentes longitudes de onda (Miri *et al.*, 2020).

Con el objetivo de disminuir el ancho de pico y mejorar la simetría, se evaluó una segunda fase estacionaria, la columna Luna PFP, la cual tiene un recubrimiento de pentafluorofenilo. Se modificó la temperatura de columna y el flujo de la fase móvil. En la tabla X, se observa que con el método 7, se obtiene una simetría de 0.82 con un tiempo de retención de 7.52 minutos. Esto concuerda con lo reportado previamente, donde se menciona que el recubrimiento de pentafluorofenilo disminuye la formación de puentes de hidrógeno entre la columna y los cuatro átomos de nitrógeno de la Tartrazina disminuyendo así el ancho de pico mejorando su simetría (Phenomenex Inc, 2011).

Con el propósito de cuantificar el colorante Tartrazina removido por las NP, se validó el método analítico por CLAR-UV-Vis. La validación del sistema por medio de CLAR-UV-Vis incluyó la evaluación de cuatro parámetros: linealidad, límite de detección, límite de cuantificación y precisión. En la figura 2 se muestra una curva de calibración construida mediante un análisis de regresión lineal de las áreas obtenidas en relación con la concentración de los estándares de Tartrazina. Los resultados de validación del sistema se resumen en la tabla XI.

En términos de linealidad, se obtuvo un coeficiente de determinación superior a 0.99, cumpliendo con los criterios establecidos por la guía Eurachem. Por lo tanto, se estableció que dentro del intervalo de concentraciones de 2 a 80 $\mu\text{g/mL}$, la respuesta del sistema se comportará de manera lineal en relación con la concentración.

En cuanto a los límites de detección y cuantificación (LDD y LDC), ambos valores se encontraron por debajo del límite inferior de la curva de calibración, lo cual es considerado aceptable según los estándares de la guía Eurachem. Para la precisión, se calculó el %DER de las respuestas correspondientes a cada nivel de la curva, se estableció que el sistema fue preciso, ya que presentó un %DER menor a 15% (EURACHEM, 2016).

Para llevar a cabo la validación del método, se añadió la matriz de NP previamente purificada y caracterizada. En la figura 3 se muestra la curva de calibración del método, construida mediante un análisis de regresión lineal de las áreas obtenidas en relación con la concentración de los estándares de Tartrazina.

Es importante destacar que, de acuerdo con los criterios establecidos por la Eurachem (EURACHEM, 2016), la correlación visualmente lineal de la curva de calibración no es suficiente para determinar la linealidad del método. Por lo tanto, es necesario evaluar otros parámetros para la validación del método, incluyendo la linealidad, el límite de detección, el límite de cuantificación, la precisión y la exactitud.

Los resultados de los parámetros evaluados se presentan en la tabla XII. En cuanto a la linealidad, se obtuvo un coeficiente de determinación superior a 0.99, lo cual indica que el método es lineal. En relación con el LDD y LDC, ambos valores fueron inferiores al límite inferior de la curva de calibración, lo cual cumple con los criterios aceptables según la Eurachem (EURACHEM, 2016). Los valores de LDD y LDC concuerdan con los obtenidos por Dinç y colaboradores, los cuales

validaron un método por CLAR-UV-Vis para cuantificar el colorante Tartrazina en preparaciones comerciales, con un intervalo lineal de 6 a 22 $\mu\text{g/mL}$ de Tartrazina (Dinç *et al.*, 2006).

En cuanto a la precisión, se calculó nuevamente el %DER de las respuestas correspondientes a cada nivel de la curva, y se obtuvo un valor inferior al 15%, cumpliendo así con los estándares de la Eurachem y demostrando que el método es preciso.

Por último, la exactitud se evaluó mediante la correlación de la concentración calculada de los estándares de calibración con su concentración real. Se determinó el coeficiente de determinación y el valor de la pendiente utilizando la ecuación de la recta, y en ambos casos se obtuvieron valores cercanos a 1, lo que indica que el método es exacto.

4.3 Evaluación del proceso de remoción del colorante Tartrazina por las nanopartículas poliméricas a diferentes condiciones experimentales

El proceso de remoción se refiere a la eliminación o extracción de una sustancia, contaminante o componente no deseado de un sistema o medio. En este contexto, el proceso de remoción implica la captura y la retención del colorante por parte de las NP. Generalmente la remoción se lleva a cabo por un proceso de adsorción, que se refiere a la acumulación de una sustancia en la interface entre dos fases (interface líquido-sólido o interface gas-sólido). La sustancia que se adsorbe en la interface se llama adsorbato y el sólido sobre el que se produce la adsorción es el adsorbente. La adsorción física se caracteriza por enlaces

intrapartículas débiles de van der Waals entre el adsorbato y el adsorbente y, por lo tanto, es reversible en la mayoría de los casos (Yagub *et al.*, 2014).

Se realizó un estudio mediante FTIR para establecer las interacciones entre las NP y la Tartrazina. En los espectros de FTIR del polímero E-100 (figuras 4-A, B y C), se observaron bandas características de los grupos esterificados en 1015-1145, así como la vibración del grupo carbonilo del grupo éster a 1726 cm^{-1} . Además, se observaron vibraciones de la cadena hidrocarbonada en 1455 y 2950 cm^{-1} . Esto concuerda con espectros FTIR antes reportados en la bibliografía del polímero Eudragit® E-100 (Linares *et al.*, 2019). El espectro FTIR del colorante Tartrazina (Figura 4-D) presenta la banda característica del grupo azo (N=N) a 1555 cm^{-1} . Las vibraciones características de estiramiento del enlace –OH están presentes entre los 3200 a 3600 cm^{-1} , mientras que la banda del ácido sulfónico se ubicó a 1034 cm^{-1} . Las bandas entre los 1450 a 1650 cm^{-1} corresponden a las vibraciones entre C=C de los enlaces bencénicos, lo cual concuerda con el espectro FTIR del colorante Tartrazina previamente reportado por Saltos y colaboradores (Saltos E. *et al.*, 2019). Observando la figura 4-B que corresponde a las NP blanco y 4-C que corresponde a las NP puestas en contacto con el colorante Tartrazina, en el espectro FTIR 4-C no se observa la formación de nuevas bandas que podrían ser atribuidas a la formación de nuevos enlaces entre el colorante Tartrazina y las NP, por lo que se infiere que la adsorción se lleva a cabo de manera física y no mediante enlaces químicos, lo cual concuerda con otros estudios (Sha *et al.*, 2014).

Los espectros FTIR de los polímeros RL-100 (figura 5) y RS-100 (figura 6) presentaron las mismas bandas característica de los mismos monómeros. A su vez, se observó la misma interacción entre las NP y el colorante Tartrazina. Por lo que se infiere que la interacción entre las NP formadas con los tres polímeros catiónicos y el colorante Tartrazina es física.

Por otro lado, para seleccionar el polímero formador de NP se evaluó la formación y aspecto de la pastilla obtenida de las NP formadas con los tres polímeros bajo dos condiciones de pH diferentes. Se puede observar que a la primera condición experimental la pastilla formada con el polímero E-100 fue abundante (Tabla XIII) y mostro un color amarillo intenso (figura 7) mientras que las pastillas obtenidas con los polímeros RS-100 y RL-100 presentaron una formación moderada y un color amarillo moderado (figura 7). En cuanto a la segunda condición experimental la pastilla obtenida con el polímero E-100 su formación se mantuvo abundante (Tabla XIII) con un color amarillo intenso (figura 8), mientras que las pastillas obtenidas con los polímeros RS-100 y RL-100 presentaron una formación escasa con un color amarillo pálido. Este comportamiento podría ser atribuido a que en condiciones de pH entre 4.0 y 6.8, el ácido no disociado puede localizarse en las partes hidrofóbicas del polímero RS-100 y RL-100 favoreciendo la flexibilidad y la hidratación de los polímeros (Kaur and Kim, 2009). Específicamente en el proceso de remoción de la Tartrazina, se ve reflejado en la escasa formación de la pastilla con coloración amarillo pálido.

El pH es un factor importante en el proceso de adsorción, ya que influye tanto en el potencial z del adsorbente como en la ionización del adsorbato (Perveen *et al.*,

2022). El efecto del pH en la remoción del colorante Tartrazina se estudió en un intervalo de pH de 4.5 a 6.5 considerando que por un lado el polímero E-100 es sensible a valores de pH menores a 4.5 y, por el otro que la Tartrazina se encuentra ionizada a estos valores de pH. En la figura 9, se observa que a los tres valores de pH evaluados el porcentaje de remoción del colorante Tartrazina aumenta en función del tiempo de contacto. En el caso del pH 5.5 y 6.5, el porcentaje de remoción de la Tartrazina fue cercano al 82% con 30 minutos de contacto entre las NP y la Tartrazina. Sin embargo, en la solución a pH 4.5 el porcentaje de remoción de la Tartrazina fue de 90% después de 30 minutos de contacto entre las NP y la Tartrazina. Este comportamiento podría ser debido a que en condiciones ácidas la Tartrazina está en su forma aniónica promoviendo las interacciones electrostáticas con la carga positiva de las NP, por ende, favorecería su remoción. A medida que el pH aumenta, el colorante Tartrazina se carga positivamente lo que provocaría una repulsión electrostática con las NP disminuyendo así el porcentaje de remoción (Perveen *et al.*, 2022). Por lo anterior, se estableció que el pH que favorece la remoción de la Tartrazina con las NP es el de 4.5.

Así, una vez estableciendo el pH óptimo de remoción de la Tartrazina se evaluó el efecto de la cantidad de polímero formador de NP sobre el porcentaje de remoción de la Tartrazina. Se evaluaron tres cantidades de polímero en la remoción de Tartrazina en una solución acuosa a pH 4.5. En la figura 10, se observa que, a mayor cantidad de polímero formador de NP, mayor es el porcentaje de remoción del colorante Tartrazina. Con 4.37 mg de polímero

formador de NP el porcentaje de remoción de Tartrazina fue de 86% después de 15 minutos de contacto, para 5.83 mg el porcentaje de remoción fue de 88% y para 8.75 mg el porcentaje de remoción fue de 91%. Este comportamiento podría atribuirse a una insaturación de los sitios de adsorción de las NP a la concentración de Tartrazina evaluada. Se seleccionó la cantidad de 5.83 mg para los siguientes experimentos. En otros estudios los nanotubos de carbono ya han sido utilizados para la remoción de Tartrazina, donde ha sido necesaria hasta dos veces más cantidad de adsorbente (12.5 mg) para remover menores cantidades de Tartrazina (Nait-Merzoug *et al.*, 2017).

Se estudió el efecto de la concentración inicial del colorante Tartrazina en el porcentaje de remoción por las NP. Se utilizaron soluciones de colorante Tartrazina de 100 a 240 $\mu\text{g/mL}$. En la figura 11 se observa que a mayor concentración de Tartrazina inicial menor es el porcentaje de remoción. Con la concentración de 100 $\mu\text{g/mL}$ el porcentaje de remoción fue de 80% después de 30 minutos de contacto. Sin embargo, a las concentraciones de 120 y 160 $\mu\text{g/mL}$ el porcentaje de remoción fue de 74 y 66% respectivamente. Estos valores permanecieron constantes desde los 15 minutos hasta los 30 minutos de contacto alcanzando un equilibrio dinámico. Este mismo comportamiento se observó a la concentración de 240 $\mu\text{g/mL}$ donde el porcentaje de remoción fue de 56%. Esto puede atribuirse a que los sitios disponibles de las NP se saturan a concentraciones mayores a 120 $\mu\text{g/mL}$. Además, a altas concentraciones iniciales de colorante, las moléculas tienden a agregarse, lo que inhibe su difusión a través de los poros del adsorbente (Sahnoun and Boutahala, 2018). Con los

resultados obtenidos que se muestran en la figura 11, se observó que a los 15 minutos de contacto entre el colorante Tartrazina y las NP se alcanza el equilibrio dinámico, es decir, un estado en el cual la velocidad de adsorción de las moléculas de Tartrazina en las NP es igual a la velocidad de desorción de las moléculas de colorante de la superficie de las NP. En otro estudio sobre compuestos poliméricos como material para la adsorción de Tartrazina (Sahnoun and Boutahala, 2018) obtuvieron un tiempo de equilibrio dinámico 8 veces mayor (120 minutos) que el reportado en este trabajo a concentraciones iniciales similares del colorante Tartrazina. Esto puede deberse a que, si bien son adsorbentes poliméricos, no están dentro del rango “nano”, lo que les confiere menor superficie de contacto y, por ende, disminuye el contacto con el colorante.

De forma general, los isothermas de adsorción describen la interacción dada entre el adsorbato y el adsorbente al estar en contacto en solución. Los modelos más comunes de isothermas son los de Langmuir y Freundlich (Nait-Merzoug *et al.*, 2017; Otavo-Loaiza, Sanabria-González and Giraldo-Gómez, 2019). En el caso del isoterma de Langmuir se establece una adsorción monomolecular del adsorbato sobre una superficie adsorbente homogénea (Sahnoun *et al.*, 2018). Por otro lado, el de Freundlich establece que el adsorbato lleva a cabo una adsorción multicapa en la superficie heterogénea del adsorbente (Alizadeh Fard *et al.*, 2017). Para evaluar la interacción entre la Tartrazina y las NP, se utilizó el modelo lineal de la ecuación 4 para el isoterma de Langmuir (figura 12) y el modelo lineal de la ecuación 5 para el isoterma de Freundlich (figura 13).

Cabe mencionar que los isothermas también permitieron establecer el tiempo de equilibrio entre el colorante Tartrazina adsorbido en las NP y el colorante Tartrazina residual en la disolución acuosa (Munagapati *et al.*, 2020).

En la tabla XIV se muestran los parámetros de ambos isothermas. En el isoterma de Langmuir, se estableció un valor de $Q_{\text{máx}}$ de 32.46 mg de Tartrazina, lo cual indica la capacidad de adsorción del adsorbente por el adsorbato, es decir 32.46 mg de Tartrazina son adsorbidos por g de NP. La capacidad de adsorción de la Tartrazina por las NP establecida en este trabajo fue 7 veces más alta que aquella reportada para otros adsorbentes de bajo costo para la remoción de Tartrazina como el aserrín ($Q_{\text{máx}} = 4.71 \text{ mg/g}$) (Banerjee and Chattopadhyaya, 2017). En este modelo, se obtuvo un factor de equilibrio R_L de 0.188. Este valor indica que la adsorción del colorante Tartrazina es favorable, es decir, que la probabilidad de que las moléculas del colorante Tartrazina se unan y se retengan en la superficie de las NP es alta. Además, se obtuvo un coeficiente de determinación (R^2) de 0.9838, lo que denotaría una buena correlación con el modelo de adsorción monomolecular del colorante Tartrazina en la superficie homogénea de las NP (Otavo-Loaiza, Sanabria-González and Giraldo-Gómez, 2019).

Por otro lado, en el isoterma de Freundlich, se estableció un valor de K_F de 3.26, lo cual indica la capacidad de adsorción por unidad de adsorbente. La capacidad de adsorción de la Tartrazina por las NP establecida en este trabajo fue mejor que la de otros adsorbentes de bajo costo, siendo 7 veces mayor que la reportada para el carbón activado granulado y 5 veces mayor que la reportada para la cáscara de arroz (Khader, Mohammed and Albayati, 2021). En este

modelo se obtuvo un valor de $1/n$ de 0.4358. Este valor indica que la adsorción del colorante Tartrazina es favorable, es decir, que la probabilidad de que las moléculas del colorante Tartrazina se unan y se retengan en la superficie de las NP es alta. Además, se obtuvo un coeficiente de determinación (R^2) de 0.9919, lo que denotaría una buena correlación con el modelo de adsorción. Este valor fue mayor que el obtenido con el modelo de Langmuir, por lo que podríamos decir que las NP siguen el modelo de Freundlich que establece que el adsorbente lleva a cabo una adsorción multicapa en una superficie heterogénea (Oyekanmi *et al.*, 2019), esto sucede porque el entramado de la red polimérica de las NP forma una superficie heterogénea con surcos donde la Tartrazina puede ir adsorbiéndose en una multicapa.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

- La técnica de nanoprecipitación permitió obtener nanopartículas estables y homogéneas con todos los polímeros probados.
- Se estableció un método analítico por CLAR lineal, preciso y exacto para cuantificar el colorante Tartrazina adsorbido en las NP.
- Las NP formadas a partir del polímero E-100 lograron un porcentaje de remoción de aproximadamente el 90%, mostrando ser un adsorbente alternativo para remover el colorante Tartrazina.
- La capacidad de adsorción de las NP mostró estar fuertemente influenciada por el pH y la concentración inicial del colorante Tartrazina.
- El modelo representado por el isoterma de Freundlich es aplicable para describir el proceso de adsorción de la Tartrazina con las NP.

CAPÍTULO VI

PERSPECTIVAS

- Evaluar otras variables que puedan afectar el porcentaje de remoción del colorante Tartrazina.
- Utilizar mezclas de colorantes de la familia azo para su estudio.
- Aplicar las nanopartículas poliméricas como adsorbente del colorante Tartrazina en muestras reales.

REFERENCIAS

Adeleye, A. S., Conway, J. R., Garner, K., Huang, Y., Su, Y., & Keller, A. A. (2016). Engineered nanomaterials for water treatment and remediation: Costs, benefits, and applicability. *Chemical Engineering Journal*, 286, 640–662. <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1385894715015181>

Agilent Technologies Inc. (2005). ZORBAX Eclipse XDB HPLC Columns The First Choice for Developing Better HPLC Methods.

Alizadeh Fard, M., Vosoogh, A., Barkdoll, B., & Aminzadeh, B. (2017). Using polymer coated nanoparticles for adsorption of micropollutants from water. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 531, 189–197. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2017.08.008>

Banerjee, S., & Chattopadhyaya, M. C. (2017). Adsorption characteristics for the removal of a toxic dye, tartrazine from aqueous solutions by a low cost agricultural by-product. *Arabian Journal of Chemistry*, 10, S1629–S1638. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2013.06.005>

Benkhaya, S., M'rabet, S., & El Harfi, A. (2020). Classifications, properties, recent synthesis and applications of azo dyes. In *Heliyon* (Vol. 6, Issue 1). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e03271>

Berradi, M., Hsissou, R., Khudhair, M., Assouag, M., Cherkaoui, O., El Bachiri, A., & El Harfi, A. (2019). Textile finishing dyes and their impact on aquatic

environs. In *Heliyon* (Vol. 5, Issue 11). Elsevier Ltd.
<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02711>

Castellanos, S., & Tusarma, M. (2014). Evaluación fisicoquímica por el método de adsorción- coagulación-floculación para la remoción de colorantes del efluente del área de procesos industriales de la empresa textil CO&TEX S.A.S. 123.

Chen, D., Wu, M., Xie, S., Li, X., Tao, Y., Wang, X., Huang, L., Pan, Y., Peng, D., & Yuan, Z. (2019). Determination of tartrazine, lutein, capsanthin, canthaxanthin and β -carotene in animal-derived foods and feeds by HPLC method. *Journal of Chromatographic Science*, 57(5), 462–468.
<https://doi.org/10.1093/chromsci/bmz019>

Congreso de los Estados Unidos Mexicanos. (2022). Ley de Aguas Nacionales.

Dąbrowski, A. (2001). Adsorption - From theory to practice. In *Advances in Colloid and Interface Science* (Vol. 93, Issues 1–3, pp. 135–224). Elsevier.
[https://doi.org/10.1016/S0001-8686\(00\)00082-8](https://doi.org/10.1016/S0001-8686(00)00082-8)

Dallos, L. J., Manzo, R. H., & Baena, Y. (2019). Análisis por FTIR y DSC de complejos polielectrolito entre Eudragit® E100 y ácido benzoico como evidencia de hidrólisis de los grupos éster del polímero. *Revista Colombiana de Ciencias Químico-Farmacéuticas*, 48(3), 700–721.
<https://doi.org/10.15446/rcciquifa.v48n3.84987>

de Luca, P., & B. Nagy, J. (2020). Treatment of water contaminated with Reactive Black-5 dye by carbon nanotubes. *Materials*, 13.

Dinç, E., Aktaş, A. H., Baleanu, D., & Üstündağ, Ö. (2006). Simultaneous determination of tartrazine and allura red in commercial preparation by chemometric HPLC method. *Journal of Food and Drug Analysis*, 14(3), 284–291. <https://doi.org/10.38212/2224-6614.2467>

Dutta, S., Gupta, B., Srivastava, S. K., & Gupta, A. K. (2021). Recent advances on the removal of dyes from wastewater using various adsorbents: A critical review. In *Materials Advances* (Vol. 2, Issue 14, pp. 4497–4531). Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/d1ma00354b>

EURACHEM. (2016). *La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados* (2da ed.).

Evonik Industries AG. (2011). EUDRAGIT RL 100, EUDRAGIT RL PO, EUDRAGIT RS 100 and EUDRAGIT RS PO. <https://pdfslide.net/documents/evonik-specification-eudragit-rl-100-eudragit-rl-po-eudragit-rs-100-and-eudragit-rs-po.html>

Fessi, H., Puisieux, F., Devissaguet, J. P., Ammoury, N., & Benita, S. (1989). Nanocapsule formation by interfacial polymer deposition following solvent displacement. *International Journal of Pharmaceutics*, 55(1), 1–4. [https://doi.org/10.1016/0378-5173\(89\)90281-0](https://doi.org/10.1016/0378-5173(89)90281-0)

Fondo para la Comunicación y la Educación Ambiental., & Centro Mexicano de Derecho Ambiental. (n.d.). *El agua en México: lo que todas y todos debemos saber*.

Galindo-Rodriguez, S., Allémann, E., Fessi, H., & Doelker, E. (2004). Physicochemical parameters associated with nanoparticle formation in the salting-out, emulsification-diffusion, and nanoprecipitation methods. *Pharmaceutical Research*, 21(8), 1428–1439. <https://doi.org/10.1023/B:PHAM.0000036917.75634.be>

Hlongwane, G. N., Sekoai, P. T., Meyyappan, M., & Moothi, K. (2019). Simultaneous removal of pollutants from water using nanoparticles: A shift from single pollutant control to multiple pollutant control. In *Science of the Total Environment* (Vol. 656, pp. 808–833). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.11.257>

Honary, S., & Zahir, F. (2013). Effect of zeta potential on the properties of nano-drug delivery systems - A review (Part 1). *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 12(2), 255–264. <https://doi.org/10.4314/tjpr.v12i2.19>

Huong, D. T. M., Chai, W. S., Show, P. L., Lin, Y. L., Chiu, C. Y., Tsai, S. L., & Chang, Y. K. (2020). Removal of cationic dye waste by nanofiber membrane immobilized with waste proteins. *International Journal of Biological Macromolecules*, 164, 3873–3884. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.09.020>

Instituto Nacional de Ecología y Cambio Climático., & Secretaria de Medio Ambiente y Recursos Naturales. (2018). Desarrollo de rutas de instrumentación de las contribuciones nacionalmente determinadas en materia de mitigación de

gases y compuestos de efecto invernadero (GyCEI) del sector Aguas Residuales de México.

Kandisa, R. V., & Saibaba KV, N. (2016). Dye Removal by Adsorption: A Review. *Journal of Bioremediation & Biodegradation*, 07(06). <https://doi.org/10.4172/2155-6199.1000371>

Kaur, K., & Kim, K. (2009). Studies of chitosan/organic acid/Eudragit® RS/RL-coated system for colonic delivery. *International Journal of Pharmaceutics*, 366(1–2), 140–148. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2008.09.006>

Khader, E. H., Mohammed, T. J., & Albayati, T. M. (2021). Comparative performance between rice husk and granular activated carbon for the removal of azo tartrazine dye from aqueous solution. *Desalination and Water Treatment*, 229, 372–383. <https://doi.org/10.5004/dwt.2021.27374>

Lestari, A.D., Rohman, A. and Martono, S. (2020). Analytical method validation of reversed phase HPLC for quantitative analysis of tartrazine and auramine o in powder drinks. *Food Research*, 4(December), 2037–2041.

Linares, V., Yarce, C. J., Echeverri, J. D., Galeano, E., & Salamanca, C. H. (2019). Relationship between degree of polymeric ionisation and hydrolytic degradation of Eudragit® E polymers under extreme acid conditions. *Polymers*, 11(6). <https://doi.org/10.3390/polym11061010>

Lugo Estrada, L. (2018). Nanoencapsulación de aceites esenciales para el control de *Aedes aegypti*. Universidad Autónoma de Nuevo León.

Marcano, D. (2018). Introducción a la Química de los Colorantes (2 da).

Miri, F. S., Gorji Kandi, S., & Panahi, F. (2020). Photophysical Properties of a Donor- π -Acceptor Distyrylbenzene Derivative in Solution and Solid state. *Journal of Fluorescence*, 30(4), 917–926. <https://doi.org/10.1007/s10895-020-02567-2>

Mota, I. G. C., Neves, R. A. M. Das, Nascimento, S. S. D. C., Maciel, B. L. L., Morais, A. H. D. A., & Passos, T. S. (2021). Artificial Dyes: Health Risks and the Need for Revision of International Regulations. In *Food Reviews International*. Bellwether Publishing, Ltd. <https://doi.org/10.1080/87559129.2021.1934694>

Munagapati, V. S., Wen, J. C., Pan, C. L., Gutha, Y., Wen, J. H., & Reddy, G. M. (2020). Adsorptive removal of anionic dye (Reactive Black 5) from aqueous solution using chemically modified banana peel powder: kinetic, isotherm, thermodynamic, and reusability studies. *International Journal of Phytoremediation*, 22(3), 267–278. <https://doi.org/10.1080/15226514.2019.1658709>

Munagapati, V. S., Yarramuthi, V., Kim, Y., Lee, K. M., & Kim, D. S. (2018). Removal of anionic dyes (Reactive Black 5 and Congo Red) from aqueous solutions using Banana Peel Powder as an adsorbent. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 148, 601–607. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2017.10.075>

Nait-Merzoug, A., Guellati, O., Benjaballah, A., Janowska, I., Bégin, D., Manyala, N., & Guerioune, M. (2017). Tartrazine removal from water using functionalized

multiwall carbon nanotubes. *Desalination and Water Treatment*, 67, 397–405.
<https://doi.org/10.5004/dwt.2017.20454>

Nasra, E., Sari, R., Benti Etika, S., Kurniawati, D., & Kumala Sari, T. (2020). Optimization of Phenol Absorption Using Banana Peel (*Musa balbisiana* Colla) as Biosorbent. *Advances in Biological Sciences Research*, 10, 238–243.

National Center for Biotechnology Information. (2022, November 7). PubChem Compound Summary for CID 164825, Tartrazine. <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Tartrazine>.

Ngo, A. C. R., & Tischler, D. (2022). Microbial Degradation of Azo Dyes: Approaches and Prospects for a Hazard-Free Conversion by Microorganisms. In *International Journal of Environmental Research and Public Health* (Vol. 19, Issue 8). MDPI. <https://doi.org/10.3390/ijerph19084740>

Organización Mundial de la Salud. (2022, March 21). Agua para consumo humano. <https://www.who.int/es/news-room/fact-sheets/detail/drinking-water>

Otavo-Loaiza, R. A., Sanabria-González, N. R., & Giraldo-Gómez, G. I. (2019). Tartrazine Removal from Aqueous Solution by HDTMA-Br-Modified Colombian Bentonite. *Scientific World Journal*, 2019. <https://doi.org/10.1155/2019/2042563>

Oyekanmi, A. A., Ahmad, A., Hossain, K., & Rafatullah, M. (2019). Adsorption of Rhodamine B dye from aqueous solution onto acid treated banana peel: Response surface methodology, kinetics and isotherm studies. *PLoS ONE*, 14(5), 1–20. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0216878>

Perveen, S., Nadeem, R., Nosheen, F., Asjad, M. I., Awrejcewicz, J., & Anwar, T. (2022). Biochar-Mediated Zirconium Ferrite Nanocomposites for Tartrazine Dye Removal from Textile Wastewater. *Nanomaterials*, 12(16). <https://doi.org/10.3390/nano12162828>

Phenomenex Inc. (2011). La guía mas reciente de selectividad para HPLC/UHPLC de fase reversa.

Rocha Miranda, A. G. (2021). Factibilidad de las nanopartículas poliméricas para remover un colorante contaminante persistente en agua. Universidad Autónoma de Nuevo León.

Rubio, A., Chica, E., & Peñuela, G. (2014). Application of Fenton process for treating petrochemical wastewater. *Scielo*, 16(2), 211–223.

Sahnoun, S., & Boutahala, M. (2018). Adsorption removal of tartrazine by chitosan/polyaniline composite: Kinetics and equilibrium studies. *International Journal of Biological Macromolecules*, 114, 1345–1353. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.02.146>

Sahnoun, S., Boutahala, M., Tiar, C., & Kahoul, A. (2018). Adsorption of tartrazine from an aqueous solution by octadecyltrimethylammonium bromide-modified bentonite: Kinetics and isotherm modeling. *Comptes Rendus Chimie*, 21(3–4), 391–398. <https://doi.org/10.1016/j.crci.2018.01.008>

Salama, A., & Abou-Zeid, R. E. (2021). Ionic chitosan/silica nanocomposite as efficient adsorbent for organic dyes. *International Journal of Biological Macromolecules*, 188, 404–410. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.08.021>

Saltos E., C., Chuquer S., D., Pazmiño V., K., Fernández M., L., & Pilaquina F., F. (2019). Remoción de tartrazina en agua usando nanopartículas de hierro cerivalentes. *InfoANALÍTICA*, 7(2), 95–109. <https://doi.org/10.26807/ia.v7i2.106>

Sha, O., Zhu, X., Feng, Y., & Ma, W. (2014). Determination of Sunset Yellow and Tartrazine in Food Samples by Combining Ionic Liquid-Based Aqueous Two-Phase System with High Performance Liquid Chromatography. *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, 2014. <https://doi.org/10.1155/2014/964273>

Shajahan, A., Shankar, S., Sathiyaseelan, A., Narayan, K. S., Narayanan, V., Kaviyarasan, V., & Ignacimuthu, S. (2017). Comparative studies of chitosan and its nanoparticles for the adsorption efficiency of various dyes. *International Journal of Biological Macromolecules*, 104(January 2018), 1449–1458. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.05.128>

Silva Flores, P. G. (2019). Desarrollo y evaluación dermatocinética de nanopartículas con aceites esenciales para su aplicación en piel. Universidad Autónoma de Nuevo León.

Šuleková, M., Hudák, A., & Smřcová, M. (2016). The determination of food dyes in vitamins by RP-HPLC. *Molecules*, 21(10). <https://doi.org/10.3390/molecules21101368>

Thamer, B. M., Aldalbahi, A., Meera Moydeen, A., Rahaman, M., & El-Newehy, M. H. (2021). Modified electrospun polymeric nanofibers and their nanocomposites as nanoadsorbents for toxic dye removal from contaminated waters: A review. *Polymers*, 23(1), 1–37. <https://doi.org/10.3390/polym13010020>

Velázquez Dávila, L. A. (2011). Efecto de la encapsulación de clotrimazol en nanopartículas poliméricas sobre su grado de penetración en piel de cerdo. Universidad Autónoma de Nuevo León.

Yagub, M. T., Sen, T. K., Afroze, S., & Ang, H. M. (2014). Dye and its removal from aqueous solution by adsorption: A review. *Advances in Colloid and Interface Science*, 209, 172–184. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2014.04.002>

Zafar, M. N., Dar, Q., Nawaz, F., Zafar, M. N., Iqbal, M., & Nazar, M. F. (2019). Effective adsorptive removal of azo dyes over spherical ZnO nanoparticles. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(1), 713–725. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.06.002>

Zaruma Arias PE, Proal Nájera JB, Chaires Hernández I, A. S. H. (2018). Textile Industrial Dyes and optimal wastewater effluents treatments: A short review. *Revista de La Facultad de Ciencias Químicas*, 1390–1869.

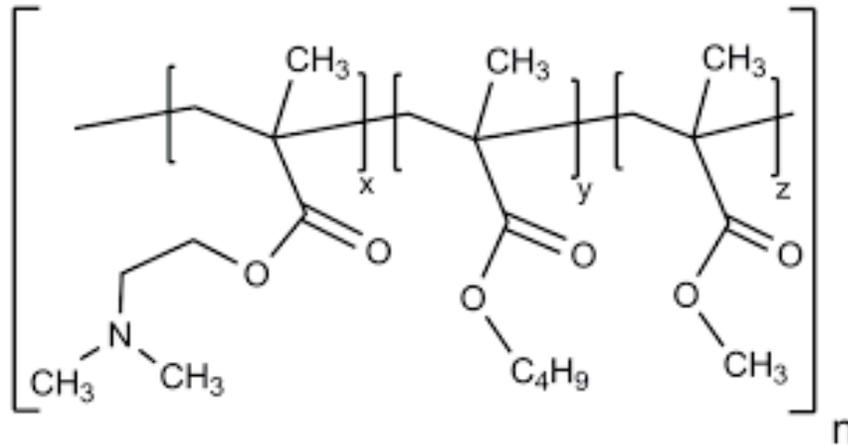
Zielinska, A., Carreiró, F., Oliveira, A. M., Neves, A., Pires, B., Nagasamy Venkatesh, D., Durazzo, A., Lucarini, M., Eder, P., Silva, A. M., Santini, A., & Souto, E. B. (2020). Polymeric Nanoparticles: Production, Characterization,

Toxicology and Ecotoxicology. In *Molecules* (Vol. 25, Issue 16). MDPI AG.
<https://doi.org/10.3390/molecules25163731>

ANEXO A

- Eudragit® E-100

Estructura:



Nombre químico: 2-metilprop-2-enoato de butilo; 2- (dimetilamino) etil 2-metilprop-2-enoato; 2-metilprop-2-enoato de metilo

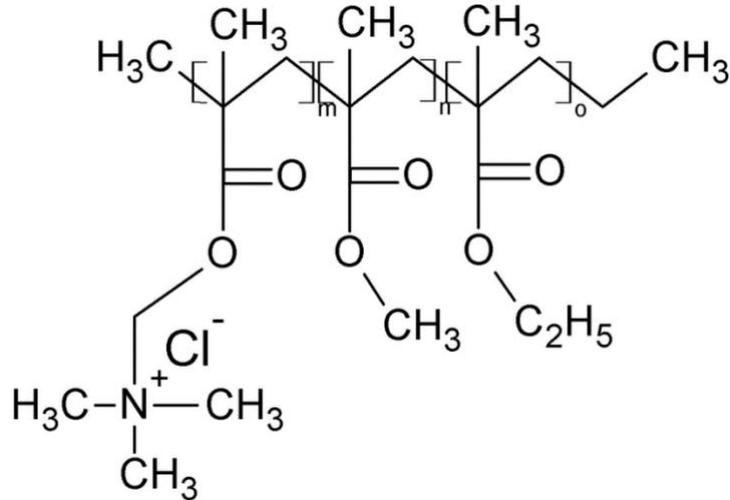
Nombre común: Eudragit E-100

Propiedades físicas y químicas:

Propiedad	Descripción o valor
Fórmula molecular	C ₂₁ H ₃₇ NO ₆
Peso molecular	399.5 g/mol
Estado	Polvo blanco
Solubilidad	Disolventes orgánicos

- Eudragit® RL-100

Estructura:



Nombre químico: prop-2-enoato de etilo; 2-metilprop-2-enoato de metilo; trimetil-[2- (2-metilprop-2-enoiloxi) etil] azanio; cloruro

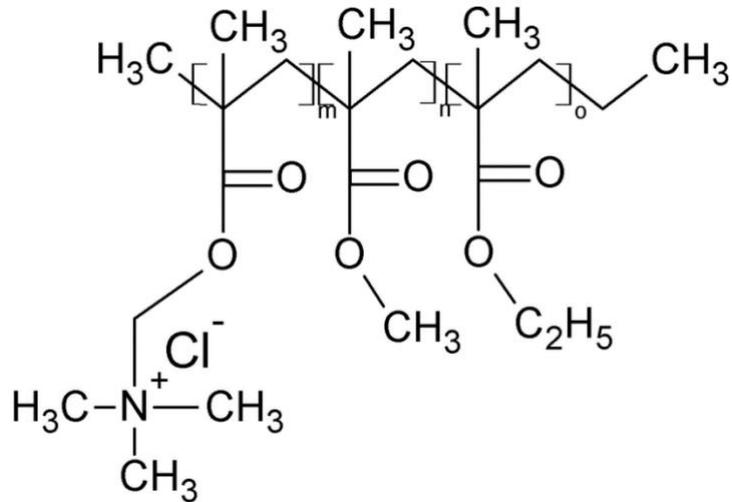
Nombre común: Eudragit RL-100

Propiedades físicas y químicas:

Propiedad	Descripción o valor
Fórmula molecular	C ₁₉ H ₃₄ ClNO ₆
Peso molecular	407.9 g/mol
Estado	Grageas transparentes
Solubilidad	Disolventes orgánicos

- Eudragit® RS-100

Estructura:



Nombre químico: prop-2-enoato de etilo; 2-metilprop-2-enoato de metilo; trimetil-[2- (2-metilprop-2-enoiloxi) etil] azanio; cloruro

Nombre común: Eudragit RS-100

Propiedades físicas y químicas:

Propiedad	Descripción o valor
Fórmula molecular	C ₁₉ H ₃₄ ClNO ₆
Peso molecular	407.9 g/mol
Estado	Grageas transparentes
Solubilidad	Disolventes orgánicos