

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA

FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO



**SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE HIERRO SOPORTADAS EN
CARBÓN ACTIVADO CON APLICACIÓN EN LA ELIMINACIÓN DE
CONTAMINANTES DE AGUA: 4-NITROFENOL.**

TESIS

PARA CUBRIR LOS REQUISITOS NECESARIOS PARA
OBTENER EL GRADO DE INGENIERA EN NANOTECNOLOGÍA

PRESENTA:

JOSSETTE CRUZ TORRES

DIRECTORAS DE TESIS:

DRA. EUNICE VARGAS VIVEROS

DRA. SANDRA BEATRIZ AGUIRRE VEGA

ENSENADA, BAJA CALIFORNIA. JUNIO DE 2023.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA

FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO

SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE HIERRO SOPORTADAS EN CARBÓN ACTIVADO CON APLICACIÓN EN LA ELIMINACIÓN DE CONTAMINANTES DE AGUA: 4-NITROFENOL.

TESIS

PARA CUBRIR LOS REQUISITOS NECESARIOS PARA
OBTENER EL GRADO DE INGENIERA EN NANOTECNOLOGÍA

PRESENTA:

JOSSETTE CRUZ TORRES

APROBADO POR:

Dra. Sandra Beatriz Aguirre Vega
Directora

Dra. Eunice Vargas Viveros
Co- Directora

Dr. Andrey Simakov
Miembro del Comité

Dr. Jassiel Rolando Rodríguez Barreras
Miembro del Comité

Dr. David Cervantes Vásquez
Miembro del Comité

Resumen

Debido al crecimiento de la población, el consumo de recursos ha ido en aumento, y, por ende, la contaminación a nivel global crece cada vez más afectando en gran medida los cuerpos de agua. Aplicar nanomateriales para disminuir la contaminación es tan solo una alternativa prometedora, ya sea que estos sean naturales o sintéticos pues tienen ventajas en su tamaño, las cuales se pueden aprovechar en algo que es vital para nuestra existencia, el agua. En este trabajo de tesis se sintetizaron nanopartículas de óxido de hierro soportadas en carbón activado derivado de poliestireno reciclado, para aplicarlas en la remoción de contaminantes del agua, como es el caso particular del 4-nitrofenol. La síntesis se llevó a cabo mediante las técnicas de pirólisis e hidrotérmica, utilizando como precursores sales de hierro y poliestireno expandido reciclado. Para conocer sus propiedades, se llevaron a cabo análisis en espectroscopías FT-IR, UV-Vis; microscopía MEB; adsorción de nitrógeno (BET) y difracción de rayos X.

Palabras clave: Nanopartículas de hierro, 4-nitrofenol, pirólisis, carbón activado.

Abstract

Due to population growth, the consumption of resources has been increasing, and, therefore, global pollution is growing more and more, greatly affecting bodies of water. Applying nanomaterials to reduce pollution is just one promising alternative, whether they are natural or synthetic, since they have advantages in their size, which can be used in something that is vital to our existence: water. In this thesis work, iron oxide nanoparticles supported on activated carbon derived from recycled polystyrene were synthesized, to apply them in the removal of contaminants from water, as is the particular case of 4-nitrophenol. The synthesis was carried out using pyrolysis and hydrothermal techniques, using iron salts and recycled expanded polystyrene as precursors. To know its properties, analyzes were carried out in FT-IR, UV-Vis spectroscopy; SEM microscopy; nitrogen adsorption (BET) and X-ray diffraction.

Keywords: Iron nanoparticles, 4-nitrophenol, pyrolysis, activated carbon.

Dedicatoria

A mis padres,
que tanto amo

Agradecimientos

Agradezco a mi alma máter, la Universidad Autónoma de Baja California en especial a la Facultad de Ingeniería, Arquitectura y Diseño, por darme la oportunidad de formarme académicamente como Ingeniero en Nanotecnología, brindándome los recursos necesarios para culminar mis estudios profesionales, al igual que a todo su personal que contribuyó a que mi estadía en la Universidad fuera muy amena.

Agradezco al Centro de Nanociencias y Nanotecnología de la Universidad Nacional Autónoma de México (CNyN-UNAM) y al Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, Baja California (CICESE) por abrirme sus puertas para la realización de éste proyecto, y durante el transcurso de mi carrera profesional, permitiéndome aprender y desarrollarme adecuadamente dentro de sus instalaciones, siempre dándome una excelente atención, tanto de personal académico, técnico y administrativo.

A mis directoras de Tesis, Dra. Sandra Beatriz Aguirre Vega y Dra. Eunice Vargas Viveros, por su apoyo y enseñanzas para la elaboración de este trabajo, por su orientación experta, su paciencia y su compromiso durante todo el proceso. Su sabiduría, conocimiento y asesoramiento han sido fundamentales para el éxito de este trabajo, el tiempo invertido en cada reunión y por siempre haber estado dándome ánimos para no echarme para atrás.

Al comité evaluador integrado por Dr. David Cervantes Vásquez, Dr. Andrey Simakov y Dr. Jassiel Rolando Rodríguez Barreras, por su tiempo invertido en la revisión de este trabajo.

A todos mis maestros, tanto de UABC, como de CNyN y CICESE que se esforzaron por mi aprendizaje cada semestre, al Dr. Simakov y Dr. Rodríguez por haberme abierto las puertas de sus laboratorios, para la elaboración de este proyecto y me brindaron las herramientas necesarias para poderme desarrollar y así mismo ampliar mis conocimientos.

A Dios por darme la sabiduría cada día para no rendirme y saber por cual camino dirigirme. A mis papás por ser mis pilares de vida, creyendo en mí, ya que sin ellos nada de esto hubiera sido posible, dándome todo su amor y apoyo incondicional.

A mi hermana, mi cuñado, mi pastor Francisco y su esposa Michelle, por siempre haber estado orando por mí. Por último, no menos importante, a todos aquellos amigos y compañeros que han estado conmigo en el transcurso de este ciclo, brindándome su cariño, apoyo, consejos, ánimos, lecciones de vida, gracias por hacer de este tiempo algo inolvidable.

ÍNDICE

1.	Introducción	1
2.	Marco teórico	3
2.1.1	¿Qué es la contaminación?	3
2.1.2	Catálisis	4
3.	Antecedentes	6
4.	Hipótesis	11
5.	Objetivos	12
6.	Metodología	13
6.1	Síntesis de carbón activado mediante pirólisis de alta temperatura.	13
7.	Materiales y reactivos	15
7.1	Síntesis Hidrotermal	15
7.2	Evaluación de las propiedades de los sistemas nanoparticulados.	16
7.2.1	Microscopía electrónica de barrido (MEB).	18
7.2.2	Difracción de Rayos X.	18
7.2.3	Fisorción de nitrógeno.	18
7.2.4	Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR).	18
7.2.5	Espectroscopía Ultravioleta Visible UV-Vis	18
8.	Resultados y discusión	19
8.1	Reciclaje de poliestireno.	19
8.2	Activación de CRPSR	20
8.3	Síntesis y depósito de nanopartículas a base de hierro sobre CRPSRA.	21
8.4	Evaluación catalítica	29
9	Conclusiones	37
10	Referencias	38

ÍNDICE DE TABLAS Y FIGURAS

Tabla 1. Tipos de catálisis, homogénea, heterogénea y enzimática. (Catálisis heterogénea y cinética electroquímica, 2020).....	5
Tabla 2. Equipos utilizados en la evaluación de las propiedades de los sistemas nanoparticulados.	17
Tabla 3 Área superficial de las muestras: sin activar (CRPSR), activada (CRPSRA) y con Fe ₂ O ₃ (Fe ₂ O ₃ /CRPSRA).....	27
Figura 1.-Productos formados a partir de poliestireno expandido (Solicitan prohibir el uso de los vasos y recipientes desechables de poliestireno en México, 2017) ...	7
Figura 2.- Etapas de la formación de poliestireno (Segovia Ruiz, 2019).....	7
Figura 3. Diagrama de flujo de la síntesis mediante pirólisis. Modificado de (Kaustubha Mohanty, 2005)	14
Figura 4. Horno tubular para la síntesis mediante pirólisis.	14
Figura 5. Equipo para síntesis hidrotermal con control de temperatura.	16
Figura 6 Preparación de poliestireno reciclado.	20
Figura 7. Preparación de carbón activado.....	21
Figura 8. Equipo para síntesis hidrotermal con control de temperatura.	22
Figura 9. Micrografía de MEB de micropartículas de carbono activado provenientes de poliestireno reciclado.....	23
Figura 10. Patrón de Difracción de rayos X de CRPSRA carbón activado resultante de poliestireno reciclado activado.	24
Figura 11. Micrografías de MEB de la muestra Fe ₂ O ₃ / CRPSRA.....	25
Figura 12. Micrografía de MEB de la muestra Fe ₂ O ₃ / CPSR donde se observa el recubrimiento de las micropartículas de carbono.....	26
Figura 13. Patrón de Difracción de Rayos X de la muestra Fe ₂ O ₃ /CRPSRA	26
Figura 14. Espectros de FT-IR de las muestras CRPSR, CRPSRA, Fe ₂ O ₃ /CRPSRA.....	28
Figura 15. Configuración del equipo experimental disponible para el estudio de la reacción de reducción de 4-np in situ.....	29
Figura 16. Espectros de absorción de UV-Vis para diferente inyección de alícuota de 4-np 30 Mm a 30 °C y 1200 rpm.	30

Figura 17. Curva de calibración de absorbancia máxima vs volumen de solución.....	31
Figura 18. Espectros de UV-Vis obtenidos en el proceso de adsorción de 4-np con la muestra CRPSRA.....	31
Figura 19. Decaimiento del pico de absorción del 4-np monitoreado a 316 nm en los primeros minutos de adsorción de la muestra CRPSRA.	32
Figura 20. Decaimiento del pico de absorción del 4-np monitoreado a 316 nm durante el proceso de adsorción de la muestra CRPSRA.....	33
Figura 21. Espectros de UV-Vis obtenidos del proceso de adsorción de 4-np en Fe ₂ O ₃ /CRPSRA.....	34
Figura 22. Decaimiento del pico de absorción del 4-np monitoreado a 316 nm en la primera hora de adsorción de la muestra Fe ₂ O ₃ /CRPSRA.	34
Figura 23. Decaimiento del pico de absorción del 4-np monitoreado a 316 nm a las dos horas de adsorción de la muestra Fe ₂ O ₃ /CRPSRA.	35

1. Introducción

La contaminación en el agua es un tema que a lo largo del tiempo ha causado gran impacto a nivel mundial. México es uno de los países que enfrenta diversos problemas de contaminación. Esta es causada por diversas fuentes, como la industria, la agricultura, el transporte y la falta de infraestructura adecuada para el manejo de residuos. La contaminación afecta no solo la salud humana, sino también la fauna y flora local y los ecosistemas.

Uno de los contaminantes que afectan a México es el 4-nitrofenol (4-np), el cual es un compuesto químico tóxico y persistente que se utiliza en diversas industrias, como la fabricación de productos químicos, pesticidas y tintas. El 4-np se libera al medio ambiente a través de residuos y efluentes industriales, lo que puede contaminar el agua, el suelo y el aire. Una vez en el medio ambiente, este compuesto puede persistir durante mucho tiempo y puede bioacumularse en organismos, incluyendo plantas y animales, a través de la cadena alimentaria.

En este trabajo de tesis se ha propuesto sintetizar nanopartículas de óxido de hierro soportadas en carbón activado proveniente de poliestireno expandido reciclado con aplicación en la remoción de contaminantes del agua, como el 4-np. La síntesis se llevó a cabo mediante las técnicas de pirólisis e hidrotérmica, utilizando como precursores sales de hierro y poliestireno. Este trabajo cuenta con un marco teórico en el cual se definen algunos conceptos claves para el desarrollo del proyecto, además se cuenta con antecedentes los cuales comprenden información seleccionada incluyendo: estudios realizados, artículos relacionados al tema y el porqué es factible la ruta a la cual nos estamos dirigiendo. Seguido de ello disponemos de una lista de materiales la cual incluye aquellos reactivos utilizados para la realización de la síntesis, una breve explicación del proceso a realizar y por último contamos con la evaluación de las propiedades de nuestros sistemas nanoparticulados. Para su caracterización se llevarán a cabo análisis en espectroscopías FT-IR, para comprender la estructura de las moléculas individuales y la composición de las mezclas moleculares; UV-Vis, para saber el estado electrónico de las nanopartículas obtenidas en nuestra muestra, por medio de sus propiedades ópticas; RAMAN nos dará a conocer, mediante vibraciones intramoleculares e intermoleculares, una comprensión adicional sobre una

reacción; microscopía MEB para obtener información superficial, como su forma, topografía, textura y composición; Fisisorción de nitrógeno (BET), para determinar la superficie de nuestra muestra y difracción de rayos X, la cual nos permitirá conocer la estructura cristalina de la muestra estudiada. Así mismo al realizar actividad catalítica se podrá evaluar en fase líquida el consumo de 4-np en su reacción de reducción para producir 4-aminofenol, mediante espectroscopía de UV-Vis.

2. Marco teórico

Gracias a diversidad de estudios y descubrimientos científicos recientes se sabe que en la escala nanométrica todo cambia, por ejemplo, un material como el oro considerado inerte en las reacciones, es altamente reactivo cuando se encuentra en forma de nanopartículas.

La nanotecnología hace referencia a materiales y fenómenos que suceden a un tamaño entre 1-100 nm. La nanotecnología se aplica en diversas áreas de la industria, tales como: la fabricación, el procesamiento, la obtención de imágenes, la medición y la aplicación de materiales que se encuentran en el intervalo de tamaño antes mencionado. Los materiales a nanoescala, se han convertido en un material altamente utilizado, debido a que poseen un área de superficie grande, una alta relación de características, tales como su adsorción, reactividad, catálisis y una alta relación superficie-masa. Estas características notables de los nanomateriales pueden alterar drásticamente las propiedades físicas, químicas, biológicas, eléctricas y mecánicas. La nanotecnología nos proporciona una amplia área de investigación interdisciplinar, innovación y desarrollo. (Shams Forruque Ahmed, 2022)

La contaminación ambiental en México está presente en el aire, el suelo y el agua, para su seguimiento y regulación se cuenta con la Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT; sin embargo, la contaminación sigue en aumento, a tal grado que las zonas de elevada contaminación se denominan regiones en emergencia ambiental. (SEMARNAT, 2015)

2.1.1 ¿Qué es la contaminación?

Se entiende por contaminación la presencia en el aire, agua o suelo de sustancias o formas de energía no deseables en concentraciones tales que puedan afectar la salud y el bienestar de los seres humanos, la flora y fauna. La contaminación del agua tiene un severo impacto negativo en los ecosistemas y en la salud de los seres vivos.

Existen diversos contaminantes en el agua los cuales se pueden clasificar de la siguiente manera.

- Agentes patógenos: entidades biológicas como bacterias, virus, parásitos u otros organismos capaces de producir enfermedades en el ser humano, en los animales o plantas.
- Compuestos químicos orgánicos: todas aquellas sustancias químicas que contienen carbono y han sido fabricadas por el hombre, tales como el petróleo, la gasolina, los plásticos, los plaguicidas o los detergentes.
- Desechos orgánicos: residuos orgánicos, aceites, grasas, proteínas, entre otros, producidos por los seres humanos o animales. Incluyen heces y otros materiales que pueden ser descompuestos por bacterias aeróbicas.
- Metales pesados: Los metales pesados, se refiere a los elementos químicos de alta densidad (mayor a 4 g/cm^3), que son tóxicos aún en concentraciones bajas. En México, los metales más contaminantes son mercurio, arsénico, plomo y cromo. (Covarrubias, 2017)
- Existen otros contaminantes que se pueden detectar en las aguas que incluyen a los hidrocarburos aromáticos, por ejemplo, benceno, tolueno y etilbenceno, los cuales según la Agencia Internacional para la Investigación del Cáncer (IARC) y la EPA son carcinogénicos en seres humanos y afectar al sistema nervioso produciendo cansancio, confusión, debilidad, pérdida de la memoria, náusea, pérdida del apetito y pérdida de la audición y la vista. (Montañez, 2009)

2.1.2 Catálisis

Un catalizador es una sustancia (compuesto o elemento) que determina el aumento de la velocidad de reacción por adición de una sustancia que se recupera sin alterar al final de la reacción. (Catálisis heterogénea y cinética electródica , 2020)

Los catalizadores sólidos pueden ser porosos y están hechos de metal u óxido metálico soportado sobre una matriz sólida inerte. Este caso particular se conoce

como catálisis de contacto. Este tipo de catalizadores son ampliamente utilizados en las refinerías de petróleo.

Existen distintos tipos de catálisis, en la tabla 1 se muestran las características de ellos., en la Tabla 1 se muestran las características de ellos.

Tabla 1. Tipos de catálisis, homogénea, heterogénea y enzimática. (Catálisis heterogénea y cinética electródica, 2020)

Catálisis Homogénea	Catálisis Heterogénea	Catálisis Enzimática
El catalizador y el sistema reactivo forman un sistema homogéneo con una sola fase. Son reacciones en fase gas o en disolución; por ejemplo, la catálisis ácido-base.	La reacción se produce en una región interfacial. Así, para una reacción donde los reactivos están en fase gas o disolución el catalizador se suele presentar en forma de sólido.	Reacciones bioquímicas cuya velocidad se incrementa por la acción de las enzimas, que son proteínas formando una dispersión coloidal. Aunque formalmente es homogénea, presenta características propias de la catálisis heterogénea, como la existencia de sitios activos.

3. Antecedentes

Ali Chamas y colaboradores reportaron en el año 2020 que existen diversos tipos de contaminantes presentes en el agua, entre ellos se encuentran los polímeros, que son miles de subunidades orgánicas unidas con fuertes enlaces covalentes, por ejemplo, el tereftalato de polietileno (PET), polipropileno (PP), cloruro de polivinilo (PVC), poliestireno (PS), entre otros. La gran mayoría de los plásticos que se producen hoy en día, incluidos todos los polímeros básicos antes mencionados, están hechos de productos petroquímicos no renovables, llamados así porque se derivan del petróleo fósil, el gas natural y el carbón. A nivel mundial solo el 18% de estos plásticos se reciclan de forma correcta, el 24% se incineran y el 58% son depositados en vertederos o directamente en entornos naturales, lo cual afecta severamente ya que toma demasiado tiempo que estos se degraden. (Ali Chamas, 2020)

En este trabajo resulta de interés hacer énfasis en el uso del poliestireno expandido PS, ya que este es un polímero que es de un solo uso cuya producción global incrementa anualmente, tan solo en el año 2020 se estimó una producción mundial total de más de 26,560 millones de toneladas lo cual corresponde a un incremento de 9,500 millones USD y se espera que alcance 13,500 millones USD para el 2028. (Valor de mercado global de poliestireno expandido 2020-2028, 2023)

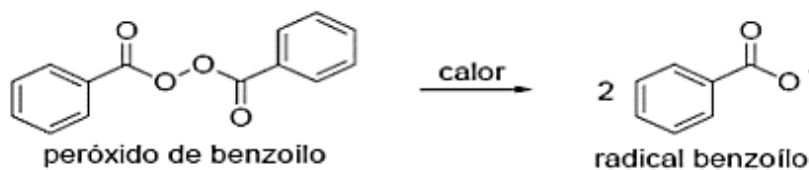
Este material se obtiene de la polimerización del monómero de estireno. Fue sintetizado en Alemania en 1930 y comercializado en 1970. Es un material con características versátiles y atractivas para el ser humano. Es fácil de producir, cuenta con propiedades mecánicas buenas, ya que se reblandece a menos de 100 °C, lo que significa que es un material que se puede ablandar a bajas temperaturas y da oportunidad de formar otros productos con este. (Segovia Ruiz, 2019)



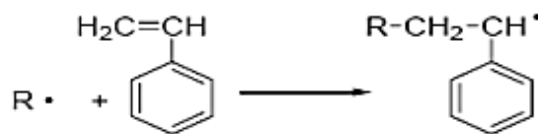
Figura 1.-Productos formados a partir de poliestireno expandido (Solicitan prohibir el uso de los vasos y recipientes desechables de poliestireno en México, 2017)

Otra de sus ventajas es que este material es de muy bajo costo por lo que su comercialización fue rápida. Pero, así como se cuentan con cosas buenas, también existen otras que no lo son. Las desventajas de este material son su descomposición, la cual es peligrosa para los seres vivos y la contaminación que causa en las aguas al no desecharlo correctamente. A pesar de esto, dicho material se sigue usando en diferentes presentaciones, la Figura 2 muestra un esquema de cómo se produce el poliestireno de manera industrial.

Etapa 1. Ruptura homolítica del peróxido



Etapa 2. Formación del radical sobre la cadena de estireno



Etapa 3. Formación del polímero por unión de moléculas de estireno

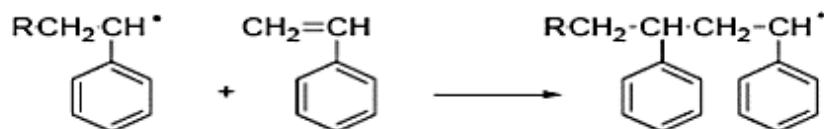


Figura 2.- Etapas de la formación de poliestireno (Segovia Ruiz, 2019)

El carbón activado es un material que se prepara por medio de activación física o química; la activación física implica la carbonización de un material que contenga carbono, después este material se activa en presencia de agentes activantes como CO₂ o vapor, a diferencia de la activación química que se lleva a cabo en un solo paso, es decir, en presencia de agentes químicos. (Y. Sudaryanto, 2006)

El carbón activado tiene una superficie interna elevada y de esa forma adsorbe (retiene en la superficie) una gran cantidad de compuestos muy diversos, estos pueden encontrarse en fase gaseosa o en disolución. (Carbon trends, 2023)

Las aplicaciones del carbón activado se basan en dos características esenciales: alta capacidad y baja selectividad de retención. La alta capacidad para eliminar especies se debe a su gran área de superficie interna, aunque la porosidad y la distribución del tamaño de los poros juegan un papel importante. En general, los microporos (tamaño inferior a 2 nm) le confieren la alta superficie y capacidad de retención, mientras que los mesoporos (tamaño comprendido entre 2-50 nm) y macroporos (tamaño > 50 nm) son necesarios para retener moléculas de gran tamaño, como pueden ser colorantes o coloides, y para favorecer el acceso y la rápida difusión de las moléculas a la superficie interna del sólido. (Carbon trends, 2023)

Se conoce que el carbón puede activarse de diferentes maneras y utilizar como precursores diversos materiales, por ejemplo:

Kaustubha y colaboradores reportaron que lograron obtener carbón activado a partir a partir de nueces de *Terminalia arjuna*. Utilizando cloruro de zinc como agente activador, el material lo utilizaron para remover cromo hexavalente de aguas contaminadas (Kaustubha Mohanty, 2005). También se encontró que se puede utilizar hidróxido de potasio como agente activante (Y. Sudaryanto, 2006). De igual forma se sintetizó carbón activado mediante carbonización en lecho fluidizado

seguido de activación CO_2 , que estuvo acompañada de tratamiento térmico. (Tengyan Zhang, 2004)

La síntesis mediante pirólisis consiste en la degradación de una sustancia orgánica a alta temperatura que en ausencias de aire puede producir carbón vegetal, aceite y gas (Speight, 2020). Se han preparado nanopartículas de carbón, materiales cerámicos, diversos materiales carbonáceos por este método, entre otros (Xiao Kong, 2020) (Amar Gil, 2022) (P. Mahanandia, 2008)

La síntesis hidrotermal es un método de síntesis ampliamente conocido, utilizado en la síntesis de materiales muy diversos, cerámicas, nanopartículas metálicas, hidróxidos, cápsulas huecas, etc. (Hernández-Ortiz, 2022) (Martínez Gutiérrez, 2011) (María Irma Salazar Hernández, 2017)

Existen diversas ventajas por las cuales es viable usar esta síntesis, entre ellas se encuentran:

- Se pueden producir nanomateriales con altas presiones de vapor con una mínima pérdida de materiales.
- Las composiciones de los nanomateriales a sintetizar pueden controlarse bien a través de reacciones químicas en fase líquida o multifase. (Yong X. Gan, 2020)

Hanyu y colaboradores sintetizaron nanomateriales de titanio por el método hidrotermal para la remoción de metales pesados, como el cadmio, cromo, arsénico, etc. Mediante la técnica de adsorción en fase acuosa. (Hanyu Li, 2021)

El hierro es utilizado en la síntesis de materiales con aplicación en la medicina (Roldán, 2021), catálisis (Escobar Caicedo, Romanelli, & Pizzio, 2018), remediación ambiental (Borja-Borja, 2020), que además de presentar un buen desempeño es considerado un material biocompatible (Paul, 2018), lo que significa que es de bajo riesgo para la salud de los seres vivos. Los materiales a base de hierro son ampliamente utilizados en la actualidad, debido a su alta reactividad y propiedades fotocatalíticas en el tratamiento de aguas residuales, dichos materiales tienen capacidad para oxidar, precipitar, reducir y adsorber contaminantes tales como: compuestos

nitroaromáticos, fosfatos, nitratos, fenoles, colorantes, halogenados, etc. Otro de los beneficios de las nanopartículas basadas en hierro, es el bajo costo que se tiene ya que es uno de los metales más abundantes en la tierra (Tadele Assefa, 2021).

Los nitrofenoles son sustancias tóxicas que incluyen tres compuestos químicos: 2-, 3- y 4-nitrofenol. Su aspecto varía de incoloro a un amarillo pálido. Los nitrofenoles no se liberan desde fuentes naturales, sino que son productos de síntesis de pesticidas, productos farmacéuticos y solventes industriales. En estudios recientes (Jianjun Luo, 2021) el nitrofenol ha sido catalogado como un contaminante mutagénico y tóxico para los seres vivos. (Zhao Ma, 2023)

- El periodo de semidesintegración del 4-nitrofenol (la cantidad de tiempo que le lleva a los nitrofenoles disminuir a la mitad en el agua) varía desde menos de un día hasta 21 días en distintos tipos de aguas superficiales.
- Una vez que se depositan en la tierra, los nitrofenoles se degradan muy lentamente.

Los nitroaromáticos pueden reducirse a sus aminas aromáticas. La importancia de este paso radica en las aplicaciones potenciales en la industria. Por medio de la reducción catalítica del 4-nitrofenol se produce 4-aminofenol el cual es utilizado en la industria farmacéutica, colorantes y otros productos orgánicos y se usa principalmente síntesis de paracetamol, vitamina B1, etc.

Existen muchos métodos para tratar aguas residuales que contienen diversos materiales contaminantes, tales como: metales pesados, fenoles, nitrofenoles, colorantes, carbonilos, etc. Estos métodos son precipitación, filtración por membrana, oxidación química, intercambio iónico, entre otros. Una desventaja típica del tratamiento de aguas contaminadas es su costo elevado, y al no ser económicamente rentable su popularidad es baja, además del tiempo que requiere elaborarlos y los problemas adicionales que pueden acarrear. Por ello resulta imperativo buscar opciones más económicas haciendo uso de la investigación, desarrollo tecnológico y de las ciencias.

4. Hipótesis

El sistema nanoestructurado a base de nanopartículas de hierro soportadas sobre carbón activado proveniente de poliestireno reciclado, puede adsorber el 4-nitrofenol presente el agua.

5. Objetivos

Objetivo General

Sintetizar nanopartículas de hierro por la técnica hidrotermal, soportadas sobre carbón activado derivado de la pirólisis de poliestireno reciclado, para evaluar su desempeño en la remoción de 4-nitrofenol disuelto en agua.

Objetivos Específicos

1. Obtener carbón activado a partir de poliestireno reciclado mediante la técnica de pirólisis.
2. Soportar nanopartículas de óxido de hierro sobre carbón activado mediante la técnica de hidrotermal.
3. Analizar las propiedades fisicoquímicas del material sintetizado como: estructura cristalina (Difracción de rayos X), superficie específica y porosidad (Fisisorción de nitrógeno), propiedades ópticas de superficie (FT-IR, UV-Vis) y morfología (MEB).
4. Valorar la adsorción de 4-nitrofenol en el carbón activado por medio de la técnica UV-Vis.
5. Evaluar el desempeño catalítico de las nanopartículas de óxido de hierro soportadas en carbón activado para la remoción del 4-nitrofenol en el agua.

6. Metodología

La metodología de este proyecto consistió en la síntesis de un material nanoestructurado a base de carbón activado y nanopartículas de óxido de hierro, su caracterización fisicoquímica y la evaluación de sus propiedades catalíticas para la eliminación de 4-nitrofenol disuelto en agua.

6.1 Síntesis de carbón activado mediante pirólisis de alta temperatura.

En la metodología de síntesis se utilizan residuos plásticos, poliestireno expandido de desecho como precursor principal del carbón activado, así como la técnica de pirólisis a alta temperatura. Los pasos a seguir se enlistan a continuación y se ilustran en el diagrama de la Figura 3:

- **Recolección de poliestireno desechable:** Se llevó a cabo la recolección de diferentes muestras de poliestireno expandido para utilizarlo como precursor en la síntesis de alta temperatura y obtener carbón.
- **Adecuación de poliestireno para su tratamiento:** El material recolectado se limpia, se reduce su volumen, se corta y lleva a pirólisis.
- **Pirólisis:** El poliestireno se coloca en un horno para realizar su transformación de poliestireno a carbón (CRPSR), a una temperatura de 700 °C.
- **Modificación del carbón:** Una vez obtenido el carbón, se realiza su modificación química, física o biológica. En este trabajo se aplicó una modificación físico-química, primero se molió en un mortero para homogeneizar la muestra. Enseguida, se realizó la activación química de la muestra (CRPSR) para generar defectos en el carbón, tales como: macroporos, mesoporos y microporos; que pueden beneficiar la remoción de contaminantes del agua. De este procedimiento resultó la muestra CRPSRA.

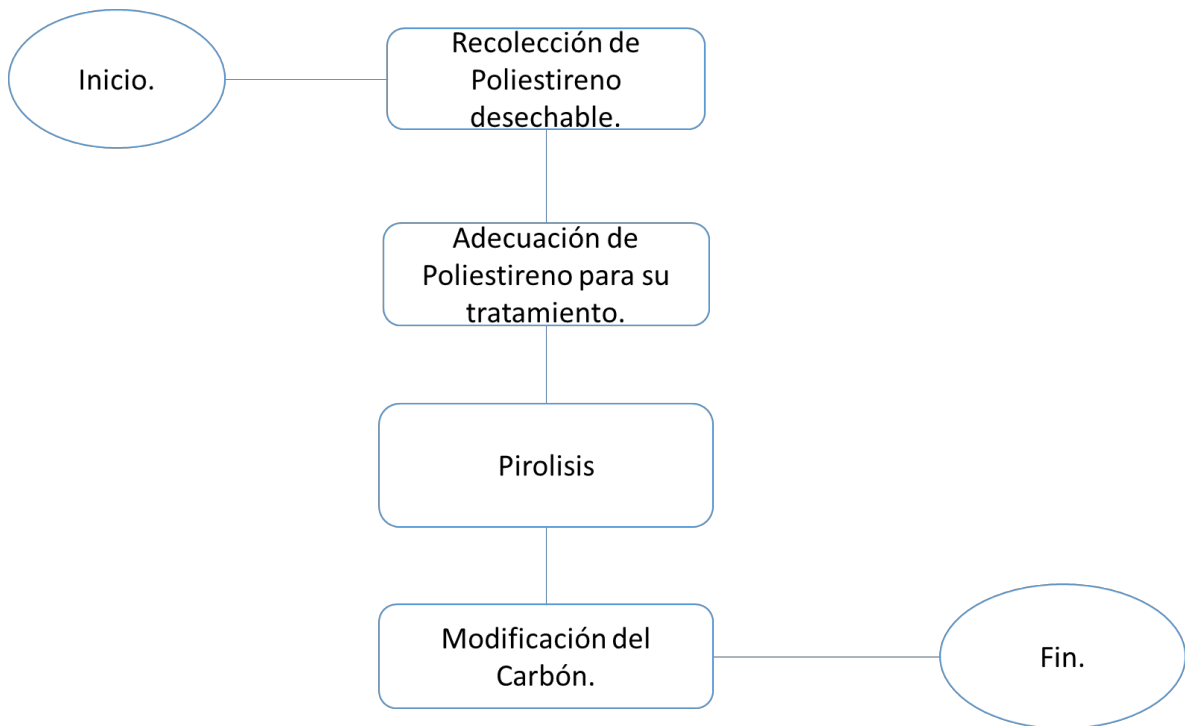


Figura 3. Diagrama de flujo de la síntesis mediante pirólisis. Modificado de (Kaustubha Mohanty, 2005)

Generalmente, en la pirólisis se utilizan muflas u hornos tubulares como el mostrado en la Figura 4, los cuales tienen la capacidad de alcanzar temperaturas entre 300 y 900 °C. Durante la síntesis, se utilizó un horno tubular (proporcionado por colaboración) del laboratorio de energías renovables II: almacenamiento y conversión de energía de Física Aplicada en CICESE.



Figura 4. Horno tubular para la síntesis mediante pirólisis.

En el presente trabajo se utilizó la siguiente metodología para nombrar las muestras obtenidas

Nombre muestra	Nomenclatura asignada
Carbón Resultante de Poliestireno Reciclado	CRPSR
Carbón Resultante de Poliestireno Reciclado Activado	CRPSRA
Óxido de Hierro soportado sobre Carbón Resultante de Poliestireno Reciclado Activado	Fe ₂ O ₃ /CRPSRA

7. Materiales y reactivos

Para la síntesis del material CRPSR se utilizaron los siguientes reactivos:

Reactivo	Papel que desempeña en la síntesis	Pureza del Reactivo	Proveedor
Carbón poliestireno	Precursor	Sin determinar	Residuos plásticos
Hidróxido de Potasio	Activante	85%	Sigma Aldrich
Ácido Clorhídrico	Parte de la activación	97%	Sigma Aldrich
Hidróxido de Amonio	Neutralizante	98%	Sigma Aldrich
Citrato de Amonio Férrico	Precursor para modificar/ depositar hierro	100%	Sigma Aldrich
Hidracina	Aditivo en la síntesis hidrotermal	98%	Sigma Aldrich

7.1 Síntesis Hidrotermal

Por medio de esta síntesis, es posible obtener materiales sólidos, nanopartículas o diferentes materiales, tales como: óxido de hierro, óxido de cerio, carbón. (S.-H. Feng). En una síntesis típica se prepara una solución acuosa con los precursores de interés, la cual debe estar homogénea. Enseguida, se coloca en el interior de un reactor autoclave que se cierra herméticamente, para luego calentar por un tiempo finito a una temperatura entre 100 °C y 250 °C, donde suceden reacciones

químicas que dan origen a la muestra de interés. Durante la síntesis llevada a cabo se utilizó el equipo mostrado en la Figura 5, el cual nos permitió tener agitación constante y controlar la temperatura.

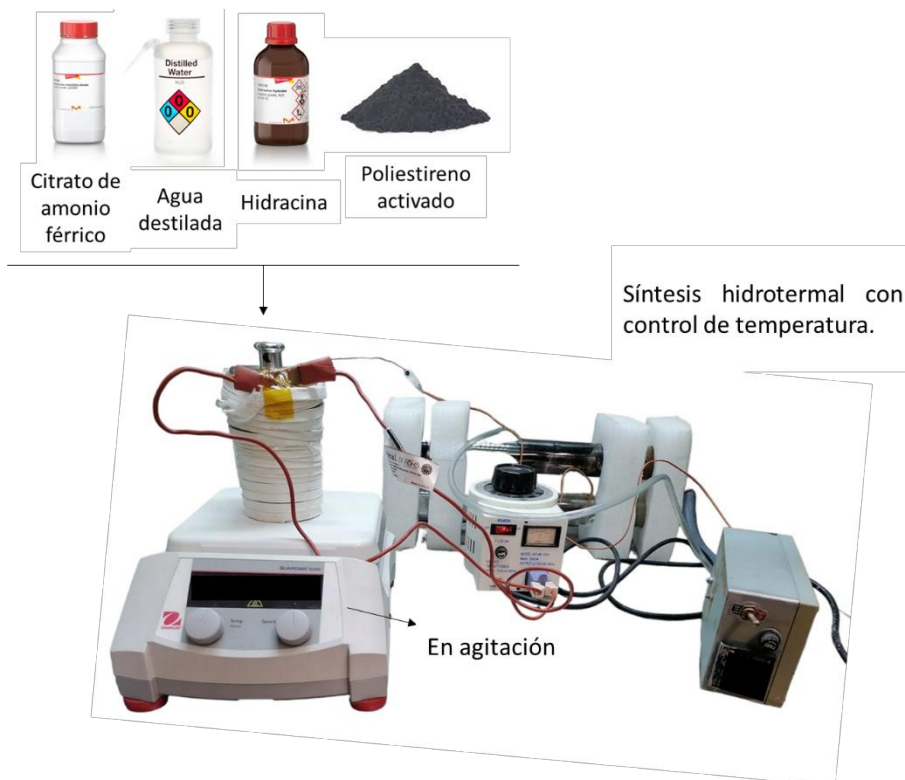


Figura 5. Equipo para síntesis hidrotérmica con control de temperatura.

7.2 Evaluación de las propiedades fisicoquímicas de los sistemas nanoparticulados.

Los materiales obtenidos se caracterizaron para estudiar y comprender sus propiedades fisicoquímicas, tales como estructura, morfología, propiedades de superficie, y propiedades ópticas. La Tabla 2, resume e ilustra los equipos utilizados en la caracterización de los materiales sintetizados en este proyecto.

Tabla 2. Equipos utilizados en la evaluación de las propiedades de los sistemas nanoparticulados.

Nombre y modelo del equipo utilizado	Figura representativa	Condiciones a las cuales se llevaron a cabo las mediciones
Microscopio electrónico de barrido (MEB) modelo JIB-4500, marca JEOL.		<p>15 kV Resolución de x450 x1500 x7500</p>
Difractómetro de rayos X, modelo D2 PHASER, marca Bruker.		Radiación Cu k alfa con longitud de onda de 1.54 angstroms.
Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier FT-IR, modelo Nicolete 6700, marca Thermo Fisher.		<p>Modo absorvancia Longitud de onda entre 500 y 4,000.</p>
Fisisorción de nitrógeno BET, modelo Gemini 2360, marca Micromeritics.		Desgacificación previa a 300 °C, se utilizó el método de Brunauer, Emmett, Teller.

7.2.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB).

Los microscopios MEB cuentan con filamento que genera un haz de electrones que impactan la muestra. Estos electrones interactúan con dicha muestra y devuelven distintas señales que son interpretadas por distintos detectores. Mediante esta técnica se obtiene información superficial de las muestras: forma, topografía, textura o composición. (Skoog, Caracterización de superficies por espectroscopía y microscopía, 2000)

7.2.2 Difracción de Rayos X.

Es un método de alta tecnología no destructivo para el análisis de una amplia gama de materiales, incluso fluidos metálicos, minerales, polímeros, catalizadores, plásticos, productos farmacéuticos, recubrimientos de capa fina, cerámicas y semiconductores. Este método permite identificar en nuestra muestra su estructura cristalina, tamaño de cristal, indexar los planos cristalinos y los parámetros de red. (Skoog, Espectrometría atómica de rayos x, 2000)

7.2.3 Fisisorción de nitrógeno.

Mediante el método Brunauer, Emmett, Teller (BET) se puede determinar la superficie de nuestra muestra, basándose en la adsorción de un gas inerte, generalmente N_2 a baja temperatura.

7.2.4 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR).

Es un método empleado para determinar las estructuras específicas de aquellas moléculas que cumplan con la característica base de la absorción de la radiación infrarroja de acuerdo con la vibración molecular de la misma, ya que dicha característica es en realidad única para cada molécula en particular; es decir, se está en presencia de una propiedad física única, un único registro de identificación para la molécula. (Skoog, Componentes de los instrumentos para espectroscopía óptica, 2000)

7.2.5 Espectroscopía Ultravioleta Visible UV-Vis

Esta técnica se basa en el proceso de absorción de la radiación ultravioleta-visible con longitud de onda comprendida entre los 160 y 780 nm. La absorción de esta radiación causa la promoción de un electrón a un estado excitado, los electrones que se excitan al absorber radiación son los electrones de enlace de las moléculas, por lo que los picos de absorción se pueden correlacionar con los distintos tipos de enlace presentes en el compuesto. Mediante dicha técnica se podrá saber el estado electrónico de las nanopartículas obtenidas en nuestra muestra, por medio de sus propiedades ópticas (Skoog, Introducción a la espectrometría de absorción molecular Ultravioleta/Visible, 2000)

7.3 Evaluación de la capacidad de adsorción

La muestra se prepara colocando 1 mg de esta en 1 mL de agua para obtener una suspensión y así evaluar su desempeño en el proceso de adsorción. Luego se dispersa en el sonicador para tener una muestra homogénea. Así mismo se miden el espectro de la muestra en ambiente de reacción, a 30 °C y 1200 rpm.

En un experimento típico, se agregan 150 μL de una suspensión acuosa del material adsorbente (CRPSRA y $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CRPSRA}$) en un reactor de 4 mL de agua y 10 μL de una solución de 4-np con una concentración de 30 mM. La cinética de adsorción del 4-nitrofenol fue monitoreada por el decaimiento de la intensidad del pico característico del 4-nitrofenol a 316 nm bajo agitación vigorosa (1200 rpm) (la concentración del 4-nitrofenol en la solución fue evaluada utilizando una curva de calibración).

La síntesis y caracterización de los materiales del presente proyecto de tesis se llevó a cabo en las instalaciones del Centro de Nanociencias y Nanotecnología-UNAM, en el Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada (CICESE) y en la Universidad Autónoma de Baja California (UABC), en la Facultad de Ingeniería Arquitectura y Diseño (FIAD).

En CICESE se llevaron a cabo los experimentos correspondientes para la activación del carbón por pirólisis de alta temperatura y en el CNYN se llevó a cabo la síntesis hidrotermal para continuar con el tratamiento del carbón y otras de las caracterizaciones, como MEB, UV-Vis, FT-IR y BET. La FIAD cuenta con un difractómetro de rayos X, el cual fue de gran ayuda al momento de caracterizar la muestra para conocer la estructura cristalina que se presentó como resultados.

8. Resultados y discusión

8.1 Reciclaje de poliestireno.

Inicialmente, se recolectó poliestireno expandido, el cual se cortó en trozos de menor tamaño para su manejo. El reciclaje del poliestireno consistió en verter acetona en un vaso de precipitado e ir colocando pedazos de poliestireno para que este se contrajera. Una vez que se formó una pasta líquida de color blanco, se vertió todo el contenido del vaso en papel aluminio, cuidando que la pasta formara

una capa delgada, por ello se extendió la pasta obtenida con ayuda de una espátula. Luego, se dejó secar por 24 horas. El material adquirió una forma rígida y delgada. Enseguida se cortó en trozos pequeños para adecuarlos para la pirólisis. Por último, una pequeña muestra del poliestireno resultante, exactamente 0.700 g se introdujo en el interior de un reactor de pirólisis para carbonizarlo. Dando como resultado el material denominado CRPSR, carbono resultante del poliestireno reciclado.



Figura 6 Preparación de poliestireno reciclado.

8.2 Activación de CRPSR

Para la activación del (CRPSR) carbono resultante del poliestireno reciclado, se disolvieron 10 mL de agua destilada y 6 g de hidróxido de Potasio, una vez disuelto se le agregaron 2 g del carbón, esta solución se dejó agitar por 2 h. una vez agitado se subió su temperatura a 100 °C para dejarse secar por 24 h. Al día siguiente se retiró el producto del vaso de precipitado, para homogeneizar su textura, se molió con un mortero y se colocó dentro de una cápsula de porcelana y dentro del horno a una temperatura de 800 °C.

Una vez que la muestra se saca del horno, se procede a hacer un lavado con HCl para retirar el KOH. Luego se filtra para separar las partículas de la solución. Enseguida se lava la muestra con agua desionizada y se utiliza una solución 0.5 M de NH_4OH para alcanzar un pH neutro, 7.

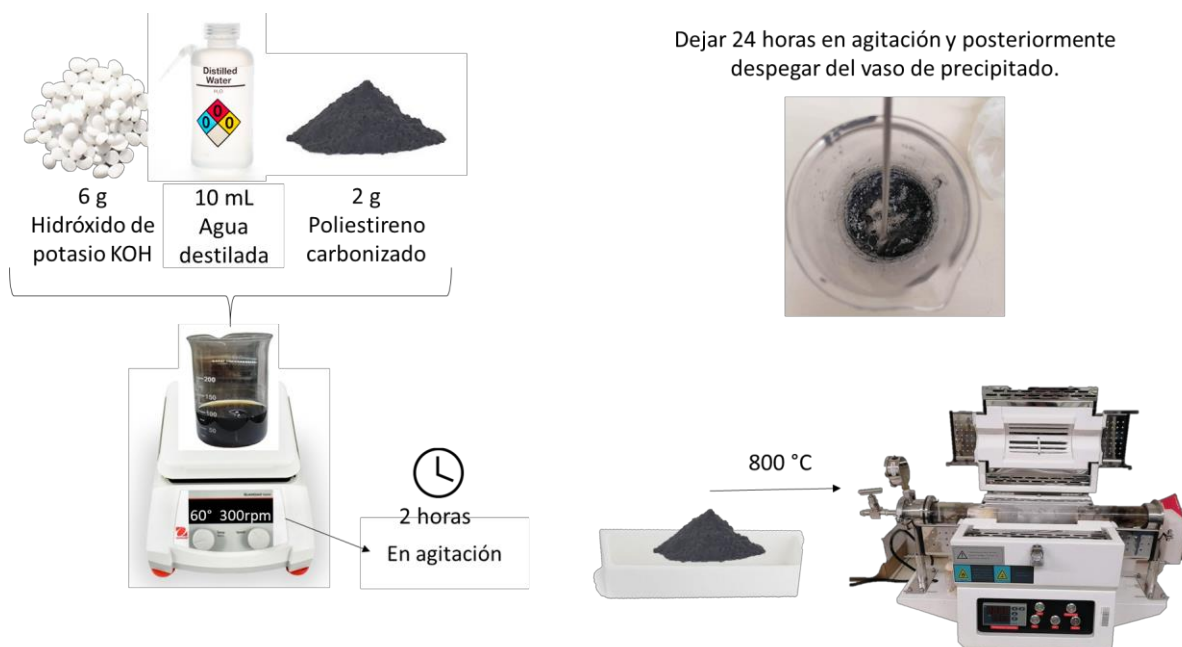


Figura 7. Preparación de carbón activado

8.3 Síntesis y depósito de nanopartículas a base de hierro sobre CRPSRA.

El depósito del óxido de hierro en las partículas de CRPSR se realizó disolviendo 0.3257 g. de citrato de amonio férrico en 65 mL de agua desionizada a 300 rpm, pasados 10 min. Se agregaron las partículas de CRPSR y se incrementó a 600 rpm para su completa disolución, 40 min. Después se le agregaron 10.5 mL de hidracina y una vez configurado el equipo de síntesis hidrotermal, se colocó en un reactor autoclave y se dejó por 18 h a una temperatura constante de 150 °C con agitación vigorosa.

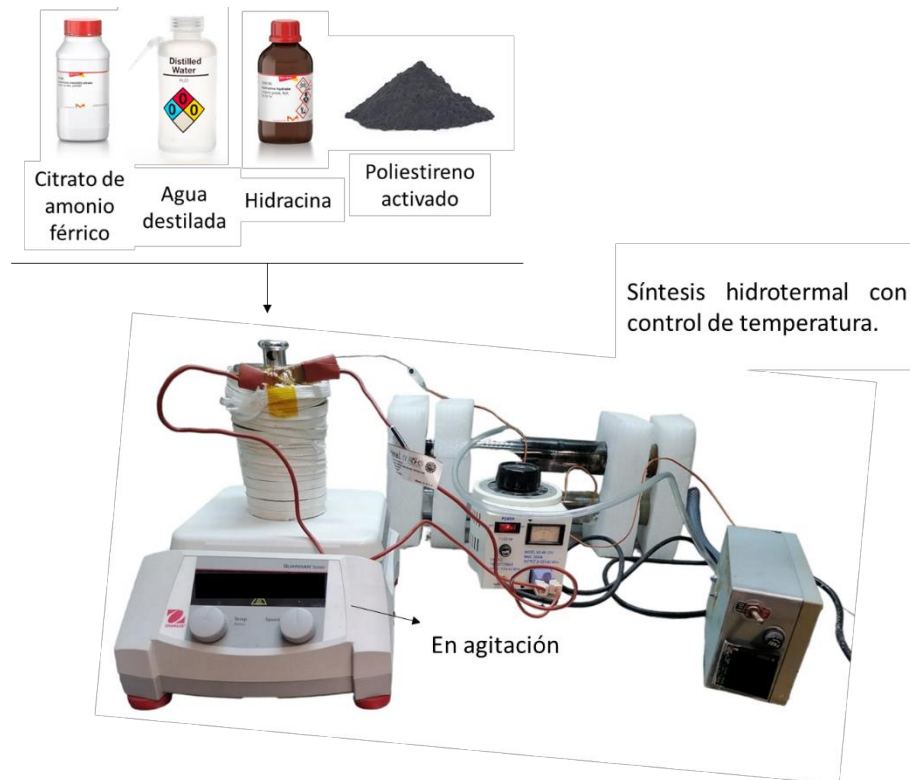


Figura 8. Equipo para síntesis hidrotermal con control de temperatura.

Morfología y tamaño de la muestra CRPSR

Al terminar la síntesis de los materiales se procedió a su caracterización fisicoquímica. Primero, la morfología de las muestras se estudió mediante microscopía electrónica de barrido, donde se obtuvo la micrografía MEB de la muestra CRPSR, la cual se presenta en la Figura 9. Así se pudo observar que la muestra está formada por micropartículas esféricas. No se observaron partículas con morfología diferente. Las esferas que componen la muestra tienen forma regular. De tal forma que fue posible medir su diámetro para estimar su tamaño promedio. En la Figura 9, en el lado derecho se observa la gráfica de distribución de tamaño para las partículas que forman la muestra CRPSR. En la medición se usó un programa de procesamiento de imágenes de tipo científico (ImageJ), con el cual se midió el diámetro de 215 esferas, y se calculó su promedio, dando como resultado $4.5 \mu\text{m}$ con una desviación estándar de $\pm 1.61 \mu\text{m}$

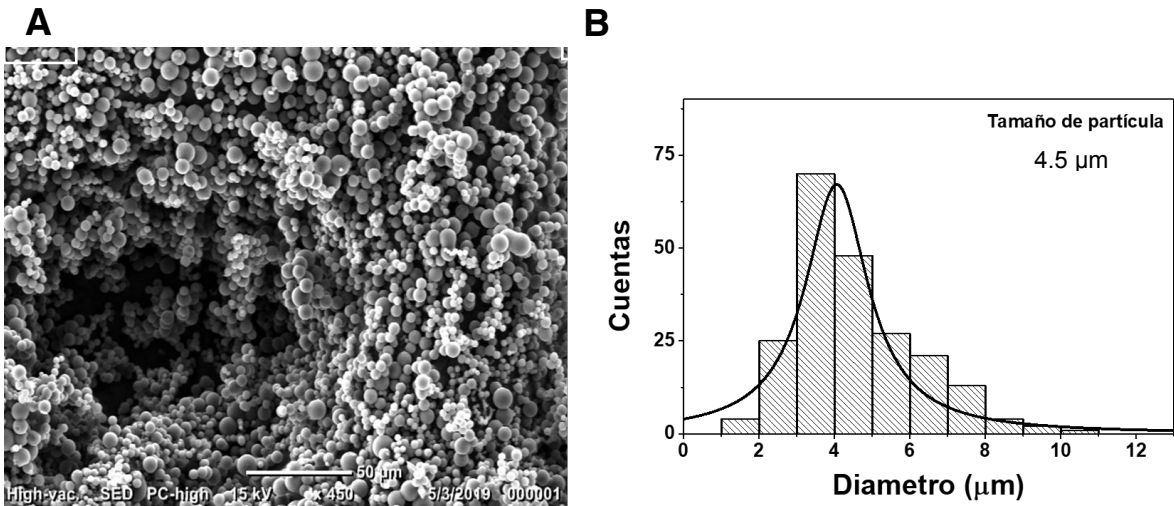


Figura 9. Micrografía de MEB de micropartículas de carbono activado provenientes de poliestireno reciclado.

Propiedades estructurales mediante XRD.

Mediante XRD se obtuvo el patrón de difracción de las micropartículas de carbón, (Figura 10). En este difractograma se observan claramente 2 picos localizados aproximadamente en 24 y 44, 2theta grados. Abdulqader *y colaborador* reportaron el patrón de difracción para el grafito con dos picos de difracción principales, localizados en $2\theta = 24.3707^\circ$ y 44.0313° atribuyéndolos a los planos (002) y (101), respectivamente (Abdulqader D. Faisal, 2016). En el presente estudio, los picos de difracción de la muestra coinciden en forma y posición con los presentados por el grafito tipo hexagonal reportado por Abdulqader *et.al*, por ello se indexaron como los planos (002) y (101), respectivamente. Además, la forma amplia de los picos se atribuye a la presencia de grandes cantidades de nanomateriales de carbono amorfo en asociación con la red de grafito hexagonal.

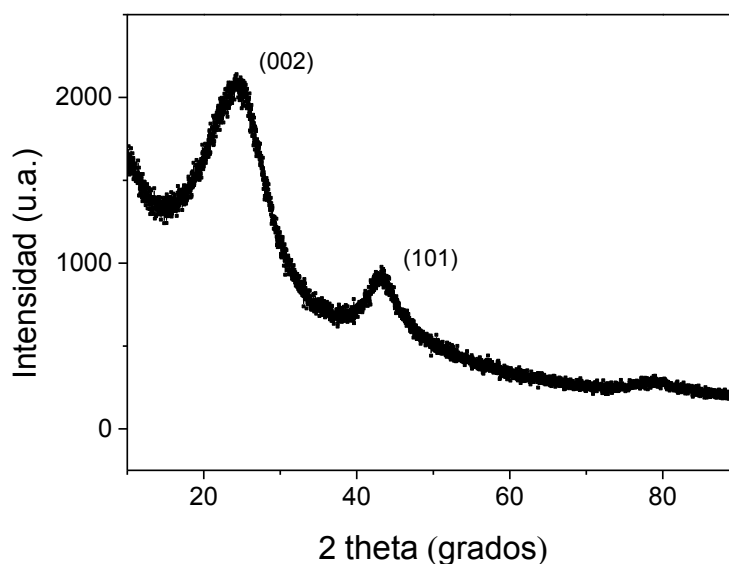


Figura 10. Patrón de Difracción de rayos X de CRPSRA carbón activado resultante de poliestireno reciclado activado.

Morfología de la muestra $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CRPSRA}$

Después del depósito de hierro fue necesario identificar si se depositó sobre las micropartículas de carbono derivado del poliestireno. Mediante MEB, se obtuvieron micrografías de la muestra $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CRPSRA}$, las cuales se observan en la Figura 11. Es posible notar partículas individuales de forma esférica, algunas con forma irregular y, también se distinguen partículas de mayor tamaño que las observadas en la muestra antes del depósito, Figura 9, que bien podrían ser cúmulos de 2 o más microsferas. Se aprecia un recubrimiento tenue sobre las microsferas, que se atribuye al óxido de hierro que se depositó. Con una mayor magnificación, se logra apreciar que el recubrimiento está formado por múltiples nanopartículas con un tamaño menor a los 500 nm, Figura 12.

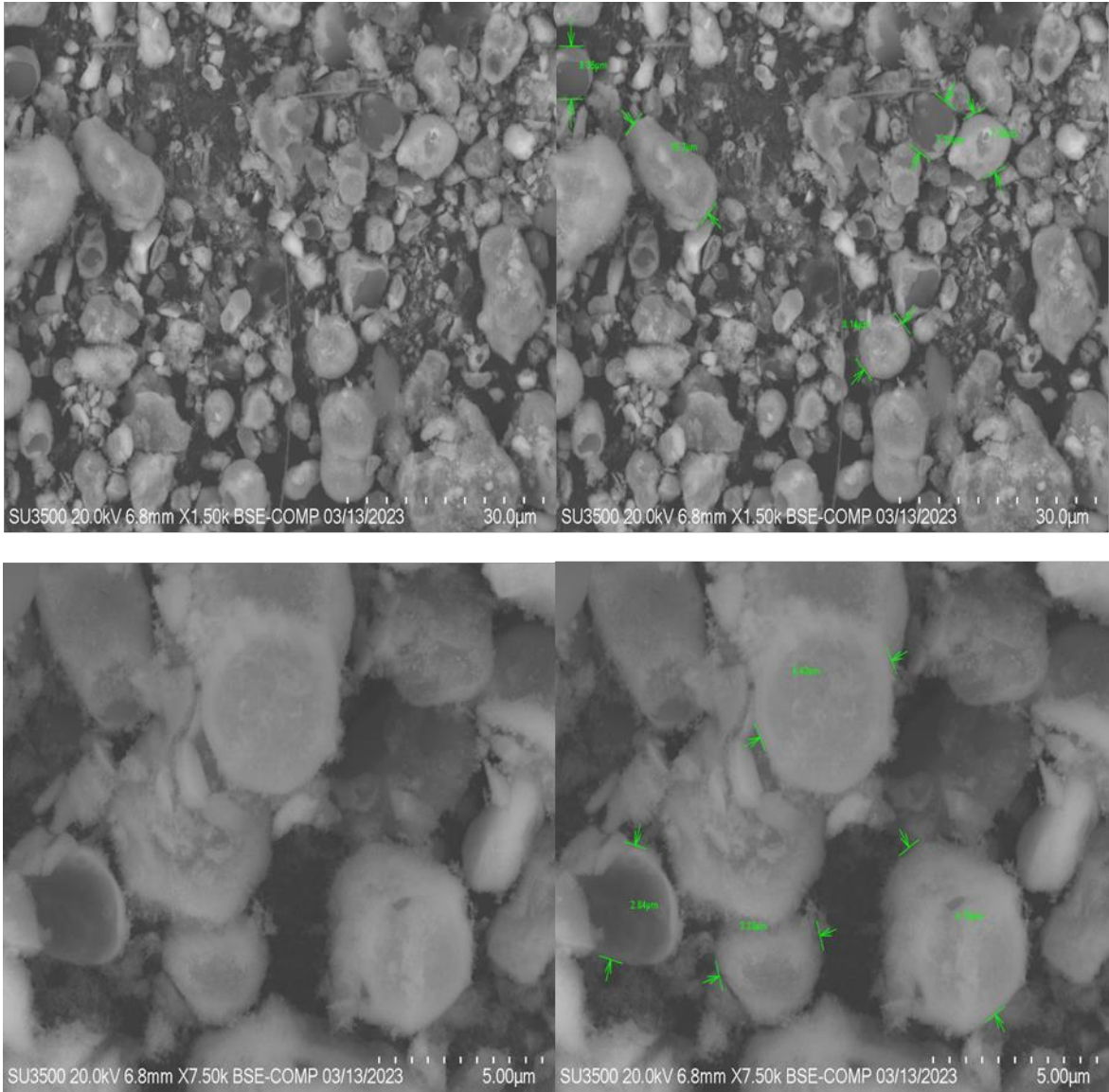


Figura 11. Micrografías de MEB de la muestra $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CRPSRA}$.

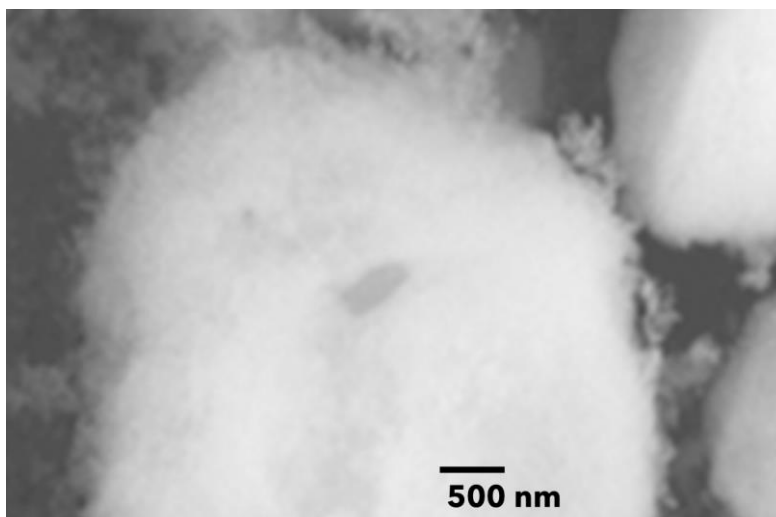


Figura 12. Micrografía de MEB de la muestra $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CPSR}$ donde se observa el recubrimiento de las micropartículas de carbono.

Para conocer las características estructurales del óxido de hierro depositado sobre las micropartículas de carbono, se realizó difracción de rayos X. Así se obtuvo el patrón de difracción presentado en la Figura 13.

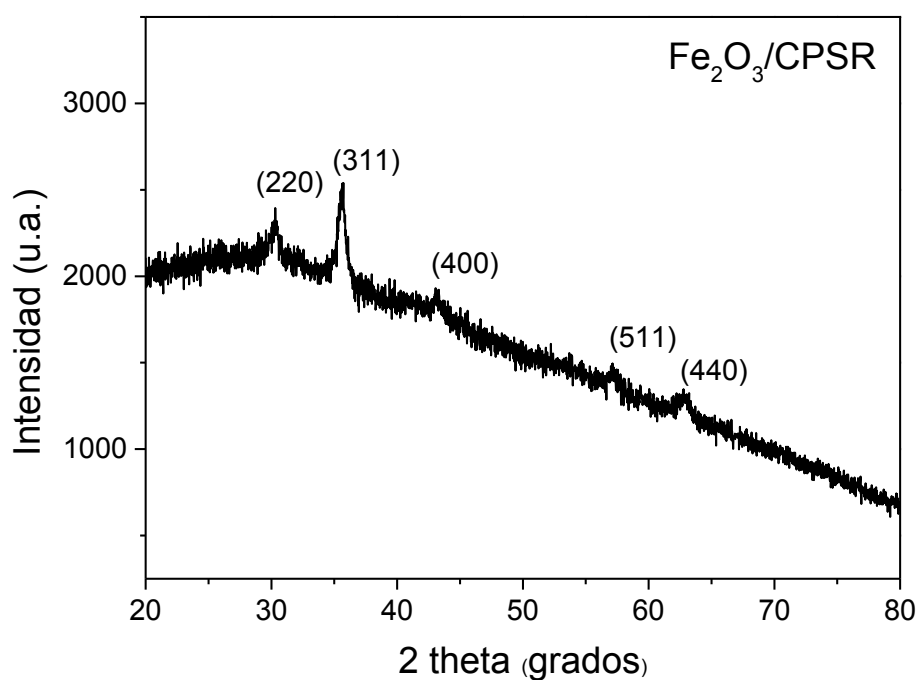


Figura 13. Patrón de Difracción de Rayos X de la muestra $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CRPSRA}$

En el patrón de difracción se observan cinco picos distintivos localizados en los ángulos 30.3, 35.5, 43.0, 57.2 y 63.0 grados, los cuales corresponden con la referencia ICCD 00-039-1346 de la base de datos "Powder Diffraction Files", cuyos picos corresponden a los planos de (220), (311), (400), (511) y (440), respectivamente. Por lo tanto, el óxido de hierro depositado sobre el carbón presenta estructura cristalina tipo maghemita al igual que la referencia.

Propiedades de los materiales obtenidos.

Los materiales obtenidos, CRPSR, CRPSRA, y Fe₂O₃/CRPSRA también se estudiaron mediante fisisorción de nitrógeno con el objetivo de encontrar cómo se ve afectada su área superficial con la activación y la adición de óxido de hierro. Se encontró que el material tiene un área muy baja, 0.2 m²/g. Lo cual confirma la importancia de su activación. Después de la activación, se incrementó el área superficial (BET) a 587 m²/g. Por otro lado, el depósito de óxido de hierro dio como resultado una reducción de área hasta 296 m²/g.

Tabla 3 Área superficial de las muestras: sin activar (CRPSR), activada (CRPSRA) y con Fe₂O₃ (Fe₂O₃/CRPSRA)

Ejemplo	Área superficial BET m ² /g
CRPSR	0.2
CRPSRA	587.5
Fe ₂ O ₃ /CRPSRA	296.1

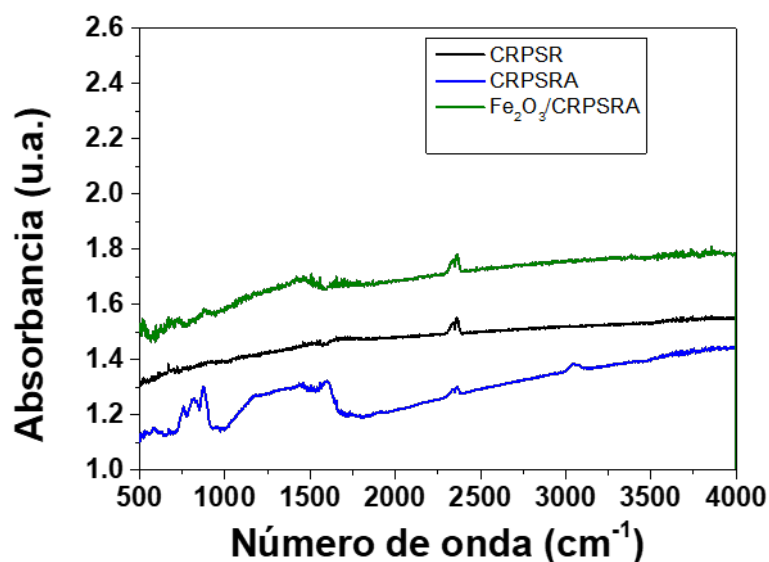


Figura 14. Espectros de FT-IR de las muestras CRPSR, CRPSRA, Fe₂O₃/CRPSRA.

Mediante espectroscopía FT-IR se obtuvieron los espectros mostrados en la Figura 14, con el objetivo de observar defectos de superficie de las muestras. Se encontró que la muestra antes de activar no mostraba absorción de moléculas. Mientras que la muestra activada mostro picos en la región de entre 700 a 1700. Lo cual se atribuye a la presencia de especies en la superficie en sus estados de vibración, como son de C-C (estrechamiento), C-H (balanceo), O-H (doblamiento) principalmente.

Sin embargo, el depósito de nanopartículas de Fe₂O₃ disminuyó la intensidad de las interacciones de los picos entre 700 a 1700 conservándose en menor proporción. Lo cual significa que el Fe₂O₃ ocupó esos lugares.

8.4 Evaluación catalítica

La evaluación catalítica consistió en determinar la capacidad del material para remover 4-np en solución acuosa. Esto se llevó a cabo mediante la adsorción de 4-np.

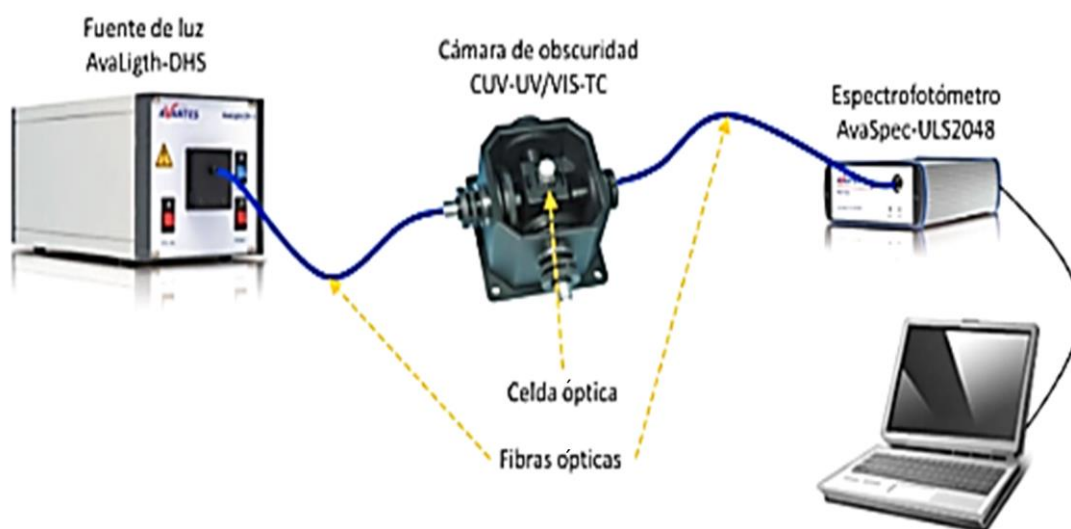


Figura 15. Configuración del equipo experimental disponible para el estudio de la reacción de reducción de 4-np *in situ*.

La Figura 15 muestra la configuración del equipo: fuente de luz, una cámara de oscuridad UV-Vis que contiene una celda óptica, así mismo se cuenta con un espectrofotómetro, el cual está conectado a una computadora que muestra los resultados correspondientes.

Al inicio del experimento se recolectaron los espectros para observar el cambio de concentración que se obtuvo al transcurrir el tiempo, así mismo se calculó la velocidad con la que se llevó a cabo la reacción. (V. Evangelista, 2015)

Primero se midió la altura del espectro de la muestra en agua. Para lo cual se colocaron en la celda de reacción 50 μL en 4 mL de agua desionizada. Inicialmente la muestra tuvo un espectro plano y este aumentó solo un poco para luego volver

a disminuir, seguido de eso se le agregaron 50 μL más para evaluar que tanto catalizador podemos agregar a la muestra sin que se sature el espectro en el UV-Vis.

La cinética del 4-nitrofenol fue medida *in situ* por medio de espectroscopía UV-Vis en modo de absorbancia, utilizando el espectrómetro previamente descrito. El equipo estaba equipado con un soporte de temperatura regulada (CUV-UV/VIS-TC, Avantes), lo cual proporciona tanto control de temperatura como agitación magnética a la solución, dentro del recipiente.

Para realizar la curva de calibración se midieron los espectros de la solución de 4-np en 4 mL de agua. Para lo cual se inyectaron alícuotas con diferente volumen en solución que van desde 1 hasta 10 μL , Figura 14.

Enseguida se tomó el valor máximo de absorbancia del pico característico ubicado en 316 nm, para obtener la gráfica presentada en la Figura 15; en la cual se relacionan el contenido de 4-np vs absorbancia.

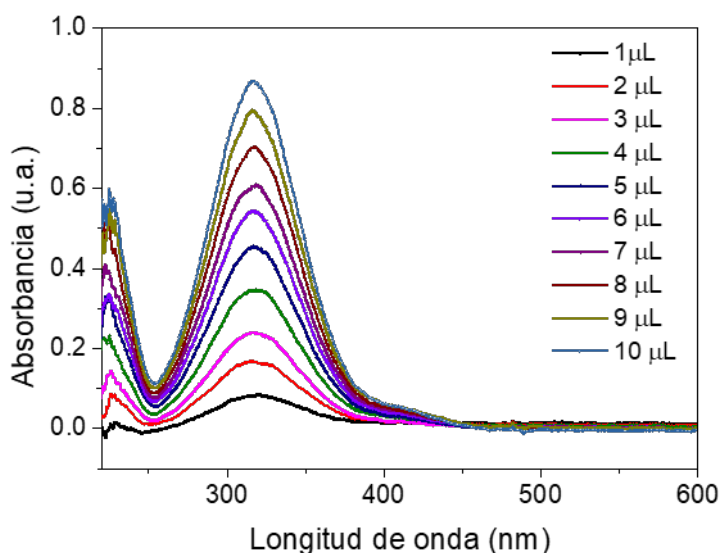


Figura 16. Espectros de absorción de UV-Vis para diferente inyección de alícuota de 4-np 30 Mm a 30 °C y 1200 rpm.

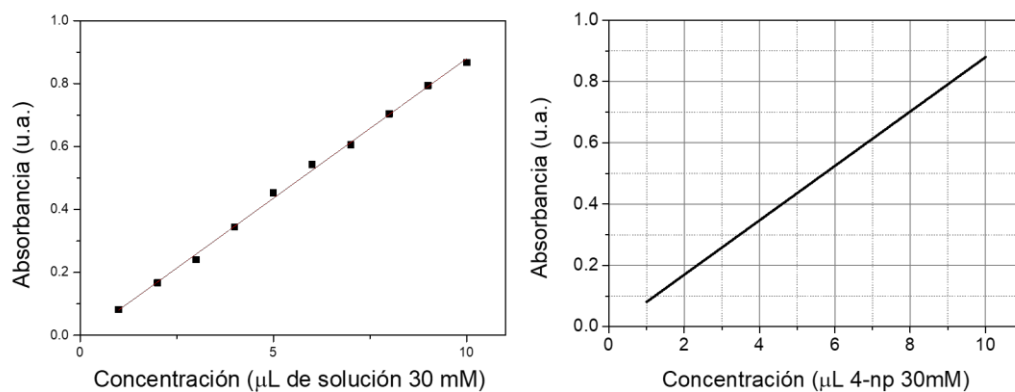


Figura 17. Curva de calibración de absorbancia máxima vs volumen de solución.

La muestra CRPSRA se evaluó como absorbente del 4-np bajo las condiciones anteriormente especificadas. La Figura 18 presenta los espectros de UV-Vis del proceso de adsorción *in situ* a 30 °C y 1200 rpm.

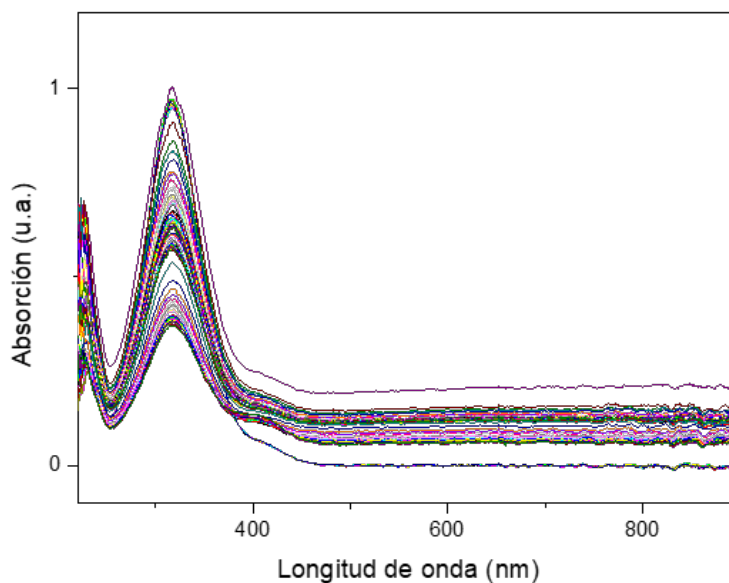


Figura 18. Espectros de UV-Vis obtenidos en el proceso de adsorción de 4-np con la muestra CRPSRA.

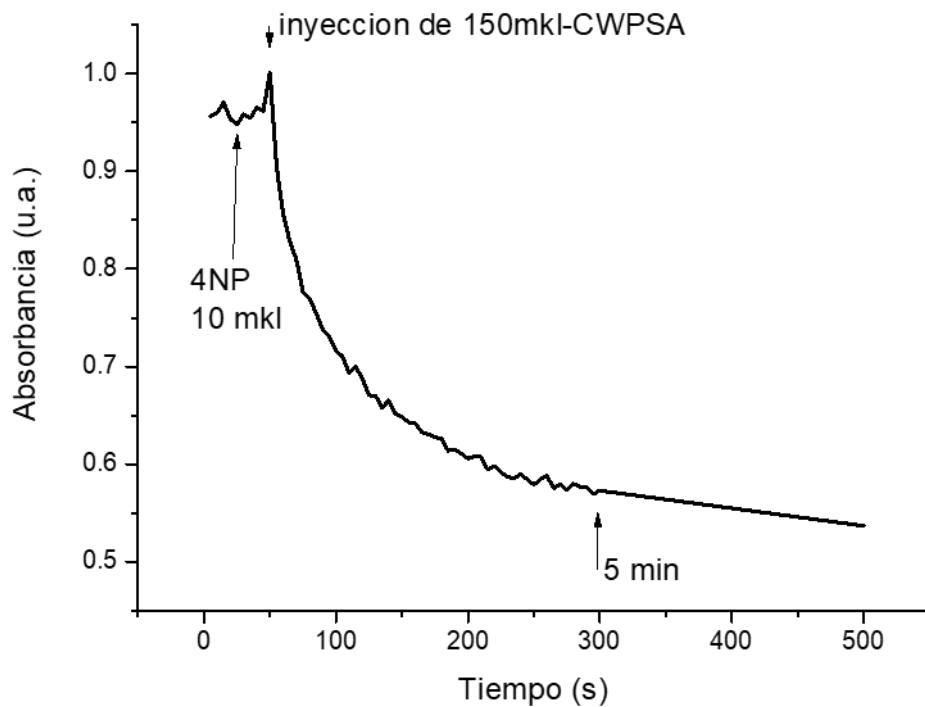


Figura 19. Decaimiento del pico de absorción del 4-np monitoreado a 316 nm en los primeros minutos de adsorción de la muestra CRPSRA.

En el experimento se colocó en la celda de UV-Vis una solución de 4-np preparada con 4 mL de agua desionizada más 10 μ L de 4-np 30 mM. Luego se inyectó una alícuota de 150 μ L de suspensión de CRPSRA (1 mg/1 mL). Se observó que en el momento de la inyección de la muestra se inició inmediatamente el proceso de adsorción, Figura 19. También, es notorio que la mayor cantidad de adsorción sucede en los primeros 5 min. El experimento continuó por 5 horas más para obtener la capacidad total de adsorción del material, Figura 20.

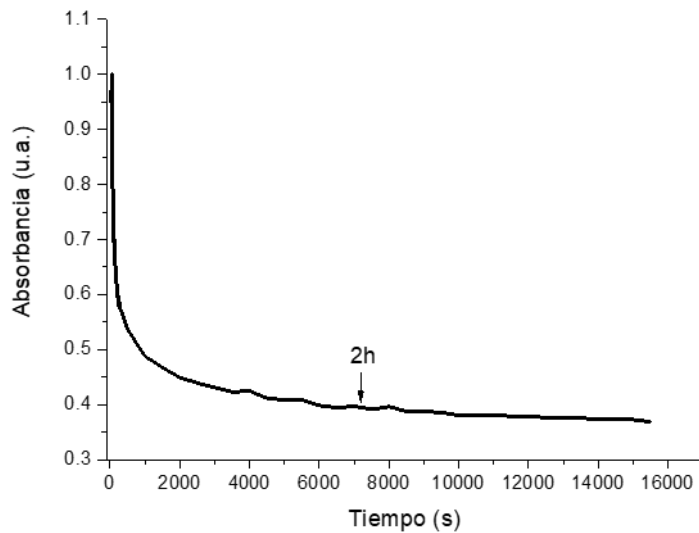


Figura 20. Decaimiento del pico de absorción del 4-np monitoreado a 316 nm durante el proceso de adsorción de la muestra CRPSRA.

La muestra CRPSRA mostró adsorción de 4-np hasta por 2 horas a partir de las cuales se observó que la curva disminuye en forma exponencial, es decir, en forma gradual lentamente y no llegó a 0, solo se mantuvo casi paralela en dirección al eje x.

En la evaluación del desempeño de la muestra $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CRPSRA}$ como adsorbente de 4-np, mediante UV-Vis, se encontró que la muestra sí tiene capacidad de adsorción. Los espectros obtenidos se presentan en la Figura 21. Se monitorea la disminución de la absorbancia en el pico característicos a los 316 nm.

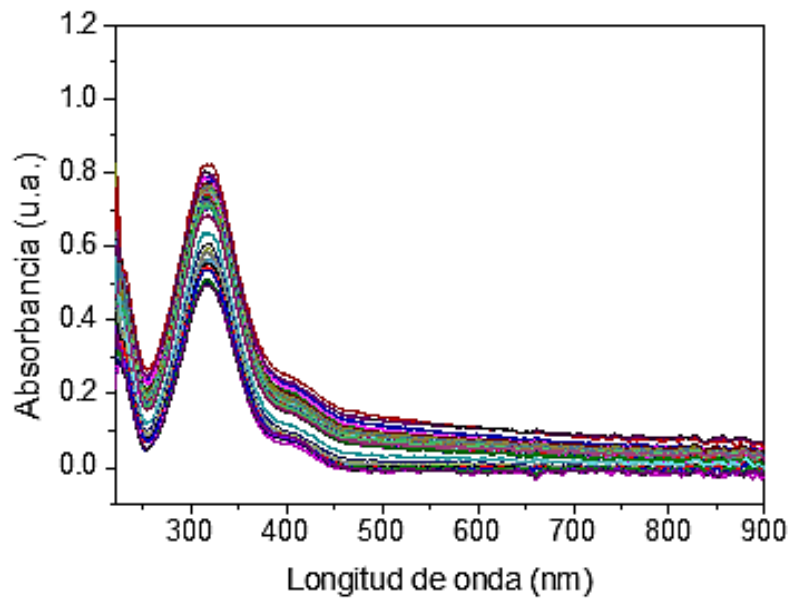


Figura 21. Espectros de UV-Vis obtenidos del proceso de adsorción de 4-np en Fe₂O₃/CRPSRA

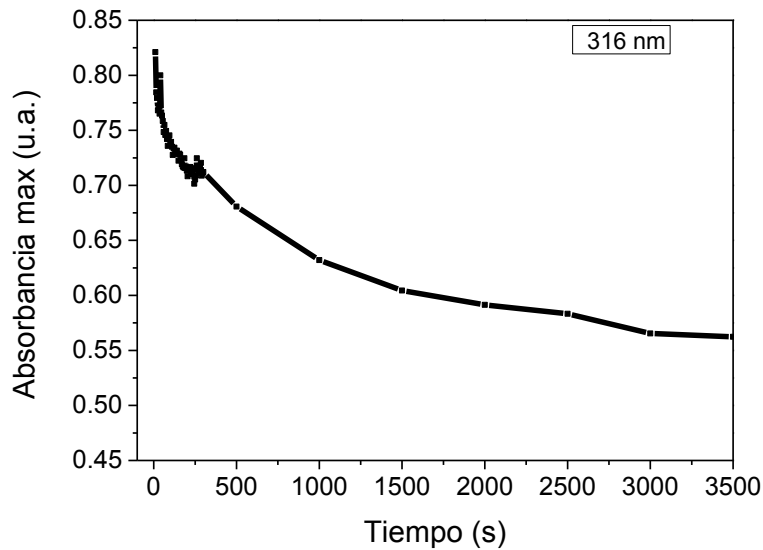


Figura 22. Decaimiento del pico de absorción del 4-np monitoreado a 316 nm en la primera hora de adsorción de la muestra Fe₂O₃/CRPSRA.

La Figura 22, muestra la cinética del decaimiento en el pico de absorción del 4-np a 316 nm durante el experimento de adsorción con la muestra, este se llevó a cabo en un tiempo de 3500 segundos.

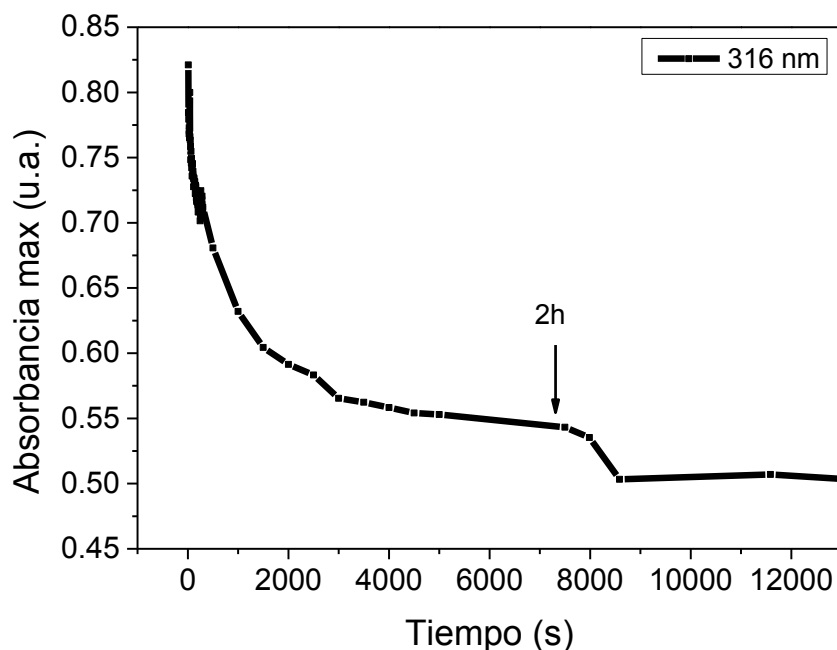


Figura 23. Decaimiento del pico de absorción del 4-np monitoreado a 316 nm a las dos horas de adsorción de la muestra Fe₂O₃/CRPSRA.

La Figura 23 muestra el decaimiento del pico de adsorción para la muestra Fe₂O₃/CRPSRA hasta por 3 h (12,000 seg), se aprecia que la disminución continúa, aunque mucho más lenta. La caída en absorbancia observada después de los 8000 segundos se atribuye a que las partículas se precipitan y pegan al agitador magnético con lo cual su espectro propio disminuye.

Ambos materiales mostraron tener capacidad de adsorción de 4-np, donde el contenido de 4-np las 2.22h de adsorción (8000 s), fue de 5 µL y 6 µl para las muestras CRPSRA y Fe₂O₃/CRPSRA, respectivamente. Lo cual significa que el carbono activado removió el 4-np contenido en 5 µL (30mM), mientras que el Fe₂O₃/CRPSRA removió lo equivalente a 4 µL. Se sabe que al incrementar el área superficial de un material se incrementa su capacidad de adsorción proporcionalmente. Siendo que la diferencia de área superficial es de casi el doble entre el carbono activado y este modificado con Fe, se podría esperar una diferencia de adsorción del doble uno respecto del otro. Sin embargo, la muestra CRPSRA supera en un 25 % el desempeño del Fe₂O₃/CRPSRA. Lo que sugiere

que $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CRPSRA}$ contiene mayor cantidad de sitios de adsorción disponibles en su superficie por unidad de área.

De tal forma que $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CRPSRA}$ tiene menos área superficial, menos espacio, pero, cabe más 4-np, esto se debe a que el depósito genera mayor cantidad de sitios de adsorción disponibles por lo que tiene mayor capacidad de adsorción el Fe_2O_3 que el CRPSRA por unidad de área superficial.

Los materiales sintetizados tienen una capacidad de adsorción de 139 mg de 4-np por cada gramo de CRPSRA, y 111 mg de 4-np por cada gramo de $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CRPSRA}$, ambos tienen valores notables de adsorción que son comparables con los observados en la literatura por ejemplo carbón activado preparado por Matus et al. lograban capacidades de adsorción de entre 3 a 12.42 mg/g (Matus, 2016)

9 Conclusiones

- Se obtuvo exitosamente carbón activado tipo grafito a partir de poliestireno reciclado, mediante la técnica de pirólisis.
- Se soportaron nanopartículas a base de hierro sobre el CRPSRA utilizando la técnica hidrotermal.
- Se encontró que la estructura cristalina de la muestra es similar al grafito para el carbón activado y para el Fe_2O_3 es similar a Maghemita.
- Se evaluó exitosamente el desempeño de las muestras en la remoción del 4-np en solución acuosa
- Se encontró mediante la técnica UV-Vis que las muestras sintetizadas tienen una gran capacidad de adsorción de contaminantes de agua, en específico 4-np
- Ambos materiales obtenidos tienen excelente capacidad de adsorción de 4-np.
- El carbón activado supera en velocidad la capacidad de adsorción, lo cual se atribuye a su superior área superficial.
- La modificación del carbón activado disminuyó el área superficial a la mitad, aproximadamente.
- Considerando que el área superficial del $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CRPSRA}$ es la mitad que del carbón y que la capacidad de adsorción total es aproximada, se sugiere que la presencia del óxido de hierro genera mayor cantidad de sitios de adsorción por unidad de área.
- Ambos materiales son excelentes candidatos para su uso como soportes de nanopartículas de metales como el oro, en la síntesis de catalizadores.

10 Referencias

- Abdulqader D. Faisal, A. A. (2016). Synthesis and Production of Carbon Nanospheres. *International Journal of Advanced Materials Research*.
- Ali Chamas, H. M.-O. (2020). Degradation Rates of Plastics in the Environment. *ACS Sustentable Química e Ingeniería*.
- Amar Gil, S. (2022). Uso de llantas residuales como materia prima para la elaboración de catalizadores de hierro y su aplicación en la síntesis Fischer-Tropsch. *Repositorio Institucional, Universidad de Antioquia*.
- Borja-Borja, J. M.-M.-P. (2020). Los nanomateriales y sus aplicaciones en la remediación ambiental. *Polo del Conocimiento*.
- Carbon trends. (2023). *Elsevier*.
- Catálisis heterogénea y cinética electroquímica. (2020). En *Química física III*.
- Covarrubias, P. C. (2017). CONTAMINACIÓN AMBIENTAL POR METALES PESADOS EN MÉXICO: PROBLEMÁTICA Y ESTRATEGIAS DE FITORREMEDIACIÓN. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*.
- Escobar Caicedo, A. M., Romanelli, G. P., & Pizzio, L. R. (2018). Catalizadores magnéticos basados en óxidos de hierro: Síntesis, propiedades y aplicaciones. *Ciencia en desarrollo*.
- Hanyu Li, Y. H. (2021). Hydrothermally synthesized titanate nanomaterials for the removal of heavy metals and radionuclides from water: A review. *Chemosphere*.
- Hernández-Ortiz, M. (2022). Synthesis of ZnO:Li films using an Arduino-based Hydrothermal reactor: An application to solar cells. *Revista Internacional de Investigación e Innovación*.
- Jianjun Luo, Y. X. (2021). Coupled biodegradation of p-nitrophenol and p-aminophenol in bioelectrochemical system: Mechanism and microbial functional diversity. *Journal of Environmental Sciences*, 134-144.
- Kaustubha Mohanty, M. J. (2005). Eliminación de cromo (VI) de soluciones acuosas diluidas mediante carbón activado desarrollado a partir de nueces de Terminalia arjuna activadas con cloruro de zinc. *Ciencias de la ingeniería química*.
- María Irma Salazar Hernández, D. E. (2017). *Síntesis y funcionalización de nanomagnetita y su efecto en la*. CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES AVANZADOS.
- Martínez Gutiérrez, S. I. (2011). Síntesis hidrotermal de materiales piezoeléctricos basados en cerámicos de (K,Na)NbO₃. *RINFI Repositorio Institucional*.
- Matus, C. A. (2016). STUDY OF THE REMOVAL OF 4-NITROPHENOL FROM AQUEOUS MEDIA BY ADSORPTION ON DIFFERENT MATERIALS. *Journal of the Chilean Chemical Society*.

- Montañez, M. M. (2009). Determinación de compuestos aromáticos en agua potable Mediante screening de muestras y cromatografía líquida con detección UV. *SciELO*.
- P. Mahanandia, P. V. (2008). Synthesis of multi-wall carbon nanotubes by simple pyrolysis. *Elsevier*.
- Paul, Z. R. (2018). Encapsulación Polimérica de Nanopartículas de Óxido de Hierro. *Universidad de Sonora*.
- Roldán, A. M. (2021). *Nanopartículas magnéticas de hierro y carbono para aplicaciones en biomedicina*. Universidad de Zaragoza.
- S.-H. Feng, G.-H. L. (s.f.). Hydrothermal and Solvothermal Syntheses. En *Modern Inorganic Synthetic Chemistry* (págs. 73-104).
- Segovia Ruiz, J. L.–G. (2019). Poliestireno, innovaciones emergentes y daños a la salud: dos caras de la misma moneda. *Revista Iberoamericana de Polímeros*.
- SEMARNAT. (2015). *Informe de la Situación del Medio Ambiente en México*.
- Shams Forruque Ahmed, M. M. (2022). Nanomaterials as a sustainable choice for treating wastewater.
- Skoog, H. N. (2000). Caracterización de superficies por espectroscopía y microscopía. En *Principios de análisis instrumental* (págs. 592-600).
- Skoog, H. N. (2000). Componentes de los instrumentos para espectroscopía óptica. En *Principios de análisis instrumental* (págs. 193-430).
- Skoog, H. N. (2000). Espectrometría atómica de rayos x. En *Principios de análisis instrumental* (págs. 291-303).
- Skoog, H. N. (2000). Introducción a la espectrometría de absorción molecular Ultravioleta/Visible. En *Principios de análisis instrumentales* (págs. 322-375).
- Skoog, H. N. (s.f.). Espectroscopía Raman. En *Principios de análisis instrumental* (págs. 463-479).
- Solicitan prohibir el uso de los vasos y recipientes desechables de poliestireno en México. (12 de Febrero de 2017). *UNIVERSITAM*.
- Speight, J. G. (2020). 12 - Synthesis gas and the Fischer–Tropsch process. *The Refinery of the Future*, 427-468.
- Tadele Assefa, F. M. (2021). Iron-based nanoparticles in wastewater treatment: removal mechanism. *Journal of Saudi Chemical Society*.
- Tengyan Zhang, W. P. (2004). Preparation of activated carbon from forest and agricultural residues through CO₂ activation. *Chemical Engineering Journal*, 53-59.
- V. Evangelista, B. A. (2015). Highly active Au-CeO₂@ZrO₂ yolk–shell nanoreactors for the reduction of 4-nitrophenol to 4-aminophenol. *Applied Catalysis B: Environmental*.
- Valor de mercado global de poliestireno expandido 2020-2028. (2023). *Statista Research Department*.

- Xiao Kong, Y. Z. (2020). Synthesis of graphene-like carbon from biomass pyrolysis and its applications. *Chemical Engineering Journal*.
- Y. Sudaryanto, S. H. (2006). High surface area activated carbon prepared from cassava peel by chemical activation. *Bioresource Technology*, 734-739.
- Yong X. Gan, A. H. (2020). Hydrothermal Synthesis of Nanomaterials. *Hindawi revista de nanomateriales*.
- Zhao Ma, Y. L. (2023). A novel biosensor-based method for the detection of p-nitrophenol in agricultural soil. *Chemosphere*.