



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA FÍSICA

**ELIMINACIÓN DE ARSÉNICO DE SOLUCIONES ACUOSAS
MEDIANTE NANOPARTÍCULAS DE HIERRO SINTETIZADAS
CON EXTRACTO DE EUCALIPTO**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Trabajo Experimental

Presentado para optar al grado académico de:

FÍSICO

AUTOR: LENIN ARIEL MORILLO CHINLLE

DIRECTOR: ING. HUGO JAVIER SÁNCHEZ MORENO MSc.

Riobamba – Ecuador

2024

© 2024, Lenin Ariel Morillo Chinlle

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

Yo Lenin Ariel Morillo Chinlle declaro que el presente Trabajo de Integración Curricular es de mi autoría y los resultados de este son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autor asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 05 de enero del 2024



Lenin Ariel Morillo Chinlle

0606107886

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA FÍSICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular; Tipo: Trabajo Experimental, **ELIMINACIÓN DE ARSÉNICO DE SOLUCIONES ACUOSAS MEDIANTE NANOPARTÍCULAS DE HIERRO SINTETIZADAS CON EXTRACTO DE EUCALIPTO**, realizado por el señor: **LENIN ARIEL MORILLO CHINLLE** ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Dr. Arquímides Xavier Haro Velasteguí PhD. PRESIDENTE DEL TRIBUNAL		2024-01-05
Ing. Hugo Javier Sánchez Moreno MSc. DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2024-01-05
Biof. Diana Carolina Coello Fiallos PhD. ASESORA DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2024-01-05

DEDICATORIA

Dedico mi trabajo a Dios por las bendiciones recibidas en cada semestre de la carrera y a mis padres por ser la parte fundamental y apoyarme en todas las decisiones que en el transcurso de la vida que he tomado.

Lenin

AGRADECIMIENTO

En primera instancia agradezco a Dios por guiarme en el transcurso del desarrollo de este proyecto de investigación, a su vez a toda la planta docente de la carrera de Física que con el pasar de los semestres me fueron formando como profesional, mi familia fue el pilar para poder terminar con un sueño que es realidad, de igual manera agradezco a mis profesores en específico al Ing. Hugo Sánchez; director del trabajo de titulación, a la Ing. Diana Coello; Asesor del trabajo de titulación, quienes con sus valiosos conocimientos hicieron que posible la culminación de este trabajo de titulación, gracias a cada una de ustedes por su paciencia, dedicación, apoyo incondicional y amistad.

Lenin

INDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	xi
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xiii
RESUMEN.....	xiv
ABSCTRACT.....	xv
INTRODUCCION.....	1

CAPÍTULO I

1.	MARCO REFERENCIAL.....	2
1.1.	Identificación del problema.....	2
1.2.	Justificación del problema.....	2
1.3.	Antecedentes de la investigación.....	3
1.4.	Objetivos.....	4
1.4.1.	<i>Objetivo general</i>	4
1.4.2.	<i>Objetivos específicos</i>	4

CAPÍTULO II

2.	MARCO TEORICO.....	5
2.1.	Arsénico.....	5
2.1.1.	<i>Propiedades</i>	5
2.2.	Contaminación por As en aguas.....	6
2.3.	Nanotecnología.....	6
2.3.1.	<i>Clasificación de la nanotecnología</i>	7
2.4.	Nanopartículas.....	8
2.4.1.	<i>Tipos de nanopartículas</i>	8
2.4.2.	<i>Propiedades de las nanopartículas</i>	9
2.5.	Nanopartículas magnéticas.....	10
2.5.1.	<i>Tipos de nanopartículas magnéticas</i>	10
2.5.2.	<i>Nanopartículas de óxido de hierro</i>	11
2.5.2.1.	<i>Propiedades</i>	12
2.5.2.2.	<i>Aplicaciones</i>	12
2.6.	Síntesis de nanopartículas.....	13
2.6.1.	<i>Síntesis verde</i>	14

2.6.2.	<i>Síntesis verde con plantas</i>	15
2.7.	Técnicas de caracterización	16
2.7.1.	<i>Espectroscopia infrarroja</i>	16
2.7.2.	<i>Espectroscopia ultravioleta</i>	17
2.7.3.	<i>Microscopía electrónica de barrido</i>	18
2.7.4.	<i>Microscopía electrónica de transmisión</i>	19

CAPÍTULO III

3.	MARCO METODOLÓGICO	21
3.1.	Características de la investigación	21
3.2.	Área de estudio	21
3.3.	Parte experimental	21
3.3.1.	<i>Materiales, reactivos y equipos</i>	21
3.3.1.1.	<i>Materiales</i>	21
3.3.1.2.	<i>Reactivos y sustancias</i>	21
3.3.1.3.	<i>Equipos</i>	22
3.4.	Método	22
3.4.1.	<i>Síntesis de nanopartículas de óxido de hierro</i>	22
3.4.1.1.	<i>Obtención del extracto acuoso de Eucalyptus globulus</i>	22
3.4.1.2.	<i>Obtención de nanopartículas de hierro</i>	27
3.4.2.	<i>Caracterización de las nanopartículas</i>	32
3.4.3.	<i>Remoción de As de soluciones acuosas</i>	33
3.4.3.1.	<i>Pruebas para determinar el efecto del tiempo de contacto</i>	33
3.4.3.2.	<i>Pruebas para determinar el efecto de la masa</i>	33
3.4.3.3.	<i>Pruebas para determinar el efecto del pH</i>	34
3.4.3.4.	<i>Pruebas para determinar el efecto de la temperatura</i>	34
3.4.3.5.	<i>Pruebas para determinar el efecto de la cantidad inicial de As</i>	34

CAPÍTULO III

4.	MARCO DE INTERPRETACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	35
4.1.	Espectroscopia FT-IR del extracto de Eucalyptus globulus	35
4.2.	Resultados de la síntesis de las nanopartículas en Espectroscopia FT-IR	36
4.3.	Resultados de la síntesis de las nanopartículas en SEM	36
4.4.	Análisis del proceso de remoción de As	38
4.4.1.	<i>Efecto del tiempo de contacto</i>	38

4.4.2.	<i>Efecto de la masa</i>	40
4.4.3.	<i>Efecto del pH</i>	41
4.4.4.	<i>Efecto de la temperatura</i>	42
4.4.5.	<i>Efecto de la cantidad inicial de As</i>	43
CONCLUSIONES		45
RECOMENDACIONES		46
BIBLIOGRAFÍA		
ANEXOS		

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 4-1:	Tamaño de las NP-Fe ₂ O ₃	38
Tabla 4-2:	Relación entre el tiempo y la remoción de As.....	38
Tabla 4-3:	Relación de la cantidad de NP-Fe ₂ O ₃ con la remoción de As.....	40
Tabla 4-4:	Relación del pH con la remoción de As s.....	41
Tabla 4-5:	Relación de la temperatura con la remoción de As	43
Tabla 4-6:	Relación de la cantidad de As con la remoción de As.....	44

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 2-1:	Técnicas de síntesis de nanopartículas	8
Ilustración 2-2:	Nanopartículas de óxido de hierro	11
Ilustración 2-3:	Espectrofotómetro IR.....	17
Ilustración 2-4:	Espectrofotómetro Uv-Vis	18
Ilustración 2-5:	Imagen MEB de NP- Fe ₂ O ₃	19
Ilustración 2-6:	Imagen TEM de nanopartículas	20
Ilustración 2-7:	Hojas de eucalipto recolectadas de diferentes árboles	22
Ilustración 3-1:	Lavado de las hojas de eucalipto	22
Ilustración 3-2:	Secado de hojas por 24 horas.....	23
Ilustración 3-3:	Aumentar la temperatura hasta alcanzar los 80 °C	23
Ilustración 3-4:	Hojas de eucalipto hirviendo a 80 °C	24
Ilustración 3-5:	Soluciones de eucalipto enfriándose a temperatura ambiente.....	24
Ilustración 3-6:	Proceso de filtrado del extracto acuoso de Eucalyptus globulus	25
Ilustración 3-7:	Frascos ámbar etiquetados para almacenamiento	25
Ilustración 3-8:	Almacenamiento de extracto de Eucalyptus globulus a 3°C	26
Ilustración 3-9:	Preparación de la solución de cloruros	26
Ilustración 3-10:	Agitación de la solución	27
Ilustración 3-11:	Adición del extracto de Eucalyptus globulus a la solución	27
Ilustración 3-12:	Goteo constante de NaOH o	28
Ilustración 3-13:	NP-Fe ₂ O ₃ precipitadas al fondo del contenedor.....	28
Ilustración 3-14:	Tubos Falcon con la solución de NP-Fe ₂ O ₃	29
Ilustración 3-15:	Proceso de centrifugado.....	29
Ilustración 3-16:	Lavado con alcohol al 70% de las NP-Fe ₂ O ₃	30
Ilustración 3-17:	NP-Fe ₂ O ₃ luego de 4 lavados.....	30
Ilustración 3-18:	Secado de NP-Fe ₂ O ₃	31
Ilustración 3-19:	Pesaje y almacenamiento de las NP-Fe ₂ O ₃	31
Ilustración 4-1:	FT-IR del extracto de Eucalyptus globulus.....	35
Ilustración 4-2:	FR-IR de las NP-Fe ₂ O ₃	36
Ilustración 4-3:	NP-Fe ₂ O ₃ vistas a través del SEM.....	37
Ilustración 4-4:	Medición de las NP-Fe ₂ O ₃	37
Ilustración 4-5:	Grafica Tiempo Vs. remoción de As	39
Ilustración 4-6:	Comparativa de efectividad de remoción de As cantidad de NP-Fe ₂ O ₃	41
Ilustración 4-7:	Comparativa efectividad de remoción de As según el pH de la solución.....	42
Ilustración 4-8:	Comparativa de la efectividad de remoción de As según la temperatura	43

Ilustración 4-9: Comparativa de la efectividad de remoción de As según la cantidad de As 44

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: ESTÁNDAR DE AS UTILIZADO

ANEXO B: EDS NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE HIERRO

ANEXO C: RESULTADOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

RESUMEN

En este estudio, se investigó la eficacia de nanopartículas de hierro sintetizadas con extracto de eucalipto para la eliminación de arsénico (As) de soluciones acuosas, la síntesis, basada en la metodología de síntesis verde, empleó extractos de eucalipto como agentes reductores y estabilizantes, resultando en nanopartículas de óxido de hierro, la síntesis se dividió en dos fases: la extracción del extracto acuoso y la obtención de las nanopartículas, se demostró que condiciones óptimas, incluyendo temperatura, concentración de extracto y pH, garantizan la producción eficiente de nanopartículas con características ideales, la caracterización mediante espectroscopia FT-IR y microscopía SEM destacó su estabilidad y morfología uniforme, indicando propiedades adecuadas para aplicaciones de eliminación de contaminantes, las pruebas de adsorción de As revelaron una alta eficacia, superando consistentemente el umbral del 90% de remoción en diversas condiciones, el análisis del tiempo de contacto mostró una rápida remoción inicial, alcanzando un 99.26% en tres horas, la cantidad óptima de nanopartículas fue 0.5g, y el pH óptimo para la remoción fue neutro a ligeramente ácido, el efecto de la temperatura demostró una relación inversa, y a concentraciones iniciales más altas de As se logró una mayor eficacia de remoción. En conclusión, las nanopartículas de hierro sintetizadas con extracto de eucalipto presentan un potencial significativo para la eliminación de As de soluciones acuosas, respaldando su viabilidad como método prometedor en la purificación de agua contaminada con arsénico y subrayando la importancia de condiciones controladas en la síntesis de nanopartículas para aplicaciones

Palabras clave: <FÍSICA>, <ARSÉNICO>, <SÍNTESIS VERDE>, <NANOPARTÍCULAS DE HIERRO >, <CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS>.

0294-DBRA-UPT-2024



ABSTRACT

In this study, the effectiveness of iron nanoparticles synthesized with eucalyptus extract for the elimination of arsenic (As) from aqueous solutions was investigated. The synthesis, based on the green synthesis methodology used eucalyptus extracts as reducing and stabilizing agents resulting in iron oxide nanoparticles. The synthesis was divided into two phases: the extraction of the aqueous extract and the obtaining of the nanoparticles, it was demonstrated that optimal conditions, including temperature, extract concentration and pH, guarantee the efficient production of nanoparticles with ideal characteristics. Characterization by FT-IR spectroscopy and SEM microscopy highlighted its stability and uniform morphology, indicating suitable properties for contaminant removal applications. As adsorption tests revealed high efficiency, consistently exceeding the 90 % removal threshold under various conditions, contact time analysis showed rapid initial removal reaching 99.26 %. In three hours, the optimal amount of nanoparticles was 0.5 g, and the optimal pH for removal was neutral to slightly acidic, the effect of temperature demonstrated an inverse relationship, and at higher initial concentrations of As greater removal efficiency was achieved. In conclusion, iron nanoparticles synthesized with eucalyptus extract present significant potential for the removal of As from aqueous solutions, supporting their viability as a promising method in the purification of arsenic contaminated water and underlining the importance of controlled conditions in the synthesis of nanoparticles for applications.

Keywords: <PHYSICS>, <ARSENIC>, <GREEN SYNTHESIS>, <IRON NANOPARTICLES>, <CHARACTERIZATION OF NANOPARTICLES>.

0294-DBRA-UPT-2024



Lic. Luis Armando Quishpe Hipo, Mgs.

C.I. 0102801016

DOCENTE INGLES CARRERA DE FISICA

INTRODUCCIÓN

La presencia de arsénico (As) en soluciones acuosas es un problema ambiental y de salud pública en Ecuador y otros países de Latinoamérica, el As es un elemento químico altamente tóxico que se encuentra en la naturaleza en forma de compuestos inorgánicos y orgánicos, la exposición a estas sustancias puede provocar graves consecuencias en la salud humana, como daños en el sistema nervioso, cáncer de piel, enfermedades cardiovasculares y otros trastornos graves (Alarcón, 2012).

La eliminación del As en soluciones acuosas es un desafío técnico y económico en Ecuador y otros países de la región, especialmente en zonas rurales donde la disponibilidad de tecnologías avanzadas es limitada, las tecnologías convencionales para la eliminación de As, como la adsorción, la coagulación, la precipitación y la membrana, son efectivas, pero a menudo son costosas y requieren una gran cantidad de energía (San Martín et al., 2021).

En este contexto, la síntesis de nanopartículas de óxido hierro (NP- Fe_2O_3) mediante extracto de eucalipto se ha propuesto como una técnica sostenible y de bajo costo para la eliminación del As en soluciones acuosas, las NP- Fe_2O_3 pueden adsorber el As y convertirlo en una forma menos tóxica, y el extracto de eucalipto actúa como un agente reductor y estabilizador para las nanopartículas de hierro.

El objetivo de este trabajo de tesis es evaluar la eficacia de las NP- Fe_2O_3 sintetizadas mediante extracto de eucalipto para la eliminación del As en soluciones acuosas, se espera que los resultados de esta investigación contribuyan al desarrollo de tecnologías sostenibles y de bajo costo para la eliminación de As en soluciones acuosas, lo que podría tener un impacto positivo en la salud pública y en el medio ambiente de la región, además, se espera que este estudio sirva como un punto de partida para futuras investigaciones sobre la síntesis de NP- Fe_2O_3 y su aplicación en la eliminación de otros contaminantes en soluciones acuosas.

CAPÍTULO I

1. MARCO REFERENCIAL

1.1. Identificación del problema

El problema de la contaminación con As en el agua subterránea en Ecuador es un problema grave que afecta a varias áreas del país. Según estudios realizados por el Instituto Nacional de Investigaciones Agropecuarias (INIAP) y el Instituto Nacional de Recursos Naturales (INRENA), se ha encontrado que el As en el agua subterránea supera los niveles recomendados por la Organización Mundial de la Salud (OMS) en al menos el 20% de los pozos analizados en las provincias de Loja, El Oro, Azuay, y Morona Santiago (Pauta et al., 2021).

La exposición prolongada al As puede causar efectos graves en la salud humana, incluyendo enfermedad de la piel, problemas cardíacos, problemas neurológicos, daño en el sistema inmunológico y cáncer de piel, además, según un estudio realizado por el Ministerio de Salud, se ha encontrado que el cáncer de piel es el segundo cáncer más común en Ecuador y la mayoría de los casos se presentan en las provincias de Loja y El Oro, donde también se ha encontrado altos niveles de As en el agua subterránea (Jiménez, 2018).

1.2. Justificación del problema

La eliminación del As en el agua mediante NP- Fe_2O_3 sintetizadas con extracto de eucalipto se considera una solución prometedora debido a la capacidad adsorbente y de remoción de metales pesados de las NP- Fe_2O_3 , el uso del extracto de eucalipto como agente sintetizador presenta ventajas notables debido a su origen natural y su carácter biodegradable, lo que contribuye a una opción sostenible y respetuosa con el medio ambiente, además, la aplicación de esta metodología a través del uso de una especie de eucalipto no utilizada anteriormente proporcionará información novedosa sobre la viabilidad de la remoción de As mediante las NP- Fe_2O_3 , este enfoque combina la eficacia de las NP- Fe_2O_3 con la utilización responsable de los recursos naturales, permitiendo un avance en la comprensión y desarrollo de soluciones para la contaminación por As en el agua (Starbird y Montero 2015).

La investigación beneficia a la sociedad ya que nos brinda una nueva técnica amigable con el ambiente para tratar el problema de la contaminación con As en el Ecuador principalmente ayudara a la comunidades rurales que son las más perjudicadas ya que son las que usan principalmente agua subterránea que se encuentra contaminada los resultados experimentales

incluiría sobre como algunos factores afectan la eficacia de la adsorción del As tales como la concentración de nanopartículas, el pH, y el tiempo de contacto, adicionalmente, se espera evaluar la capacidad de las nanopartículas de hierro sintetizadas mediante extracto de eucalipto para adsorber y eliminar el As de soluciones acuosas y se espera comparar su eficacia con otros métodos de eliminación de As existentes.

1.3. Antecedentes de la investigación

La Agencia Internacional para la Investigación del Cáncer (IARC, por sus siglas en inglés) ha clasificado varios metales como posibles carcinógenos a largo plazo en el humano; entre los del Grupo I se incluyen el As (As), berilio (Be), cadmio (Cd), cromo 6 (Cr) y níquel (Ni). La OMS fija el límite máximo del As en agua en 10 µg/L, aunque es frecuente que el agua subterránea exceda mucho esta concentración (Martínez et al. 2009).

En su estudio, Gil-Díaz et al. (2021) compararon tres tipos de nanopartículas de hierro comerciales (hierro cerovalente, óxido de hierro y sulfuro de hierro) para la eliminación de mercurio (Hg) en agua contaminada artificialmente. Se observó que las tres nanopartículas fueron capaces de remover Hg de soluciones acuosas de manera estable durante al menos 48 horas, específicamente, las nanopartículas de hierro cerovalente demostraron una mayor eficiencia en la eliminación de Hg por unidad de masa de hierro en las condiciones experimentales evaluadas, el mecanismo de inmovilización del Hg por las nanopartículas de hierro cerovalente implicó la reducción del Hg, así como la adsorción y/o formación de complejos de Hg en la capa de las nanopartículas, por otro lado, la adsorción fue el principal mecanismo de remoción observado en las nanopartículas de sulfuro de hierro y óxido de hierro.

Desde hace décadas se conoce la capacidad reductora de la materia vegetal, debido a la presencia de fitoquímicos con propiedades antioxidantes en los vegetales, estas sustancias actúan como reductoras al entrar en contacto con sales metálicas, lo que conduce a la formación de nanopartículas. Esta técnica, conocida como síntesis verde, se destaca por ser sencilla, económica y respetuosa con el medio ambiente, en comparación con los métodos tradicionales (Martínez, 2017).

El estudio realizado por Martínez-Cabanas (2017) se enfocó en la síntesis verde de NP- Fe₂O₃ la interacción de un reductor (extracto de eucalipto) con una sal de hierro (III), se exploraron diferentes métodos de síntesis al variar las proporciones de la sal y el reductor, las nanopartículas obtenidas fueron caracterizadas mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM), a través de las imágenes obtenidas por TEM, fue posible determinar el tamaño medio de las nanopartículas

formadas, sin embargo, no se observaron diferencias significativas entre las nanopartículas obtenidas con diferentes proporciones de hierro y extracto de eucalipto.

El uso del extracto de eucalipto para la síntesis de nanopartículas de óxido de hierro fue reportado en el estudio de (Pabón-Guerrero et al., 2021), donde utilizaron el extracto acuoso de *Eucalyptus grandis* y sales de cloruro de hierro, la caracterización fue a través de IR, TEM y BET donde se indica la presencia de NP- Fe_2O_3 con alta monodispersidad, tamaño de partícula de 9 nm y un área superficial de 131.90 m^2/g . El método verde que utilizaron tiene un rendimiento del 98% y puede tener aplicaciones en nanotecnología, biomedicina y tratamiento ambiental, entre otros, con un costo de producción relativamente bajo.

1.4. Objetivos

1.4.1. Objetivo general

Eliminar el As de soluciones acuosas mediante nanopartículas de hierro sintetizadas con extracto de eucalipto.

1.4.2. Objetivos específicos

- Identificar las condiciones óptimas para la síntesis de nanopartículas de hierro mediante extracto de eucalipto.
- Caracterizar mediante distintas técnicas las nanopartículas de hierro mediante extracto de eucalipto.
- Evaluar la viabilidad de las nanopartículas de hierro sintetizadas mediante extracto de eucalipto para adsorber y eliminar el As de soluciones acuosas.

CAPÍTULO II

2. MARCO TEORICO

2.1. Arsénico

El As es un elemento semimetálico, que presenta propiedades tanto metálicas como no metálicas, a temperatura ambiente, el As se encuentra en estado sólido, y es de color gris plateado y brillo metálico, es un elemento presente en la atmósfera, hidrosfera y biosfera, constituyendo aproximadamente el 5×10⁻⁴% de la corteza terrestre, aunque gran parte del As en el medio ambiente es de origen natural, también existen importantes contribuciones antropogénicas a través de procesos industriales como la minería, fundición de metales y uso de biocidas y conservantes de madera. La concentración de As en el ambiente puede variar debido a la sorción o desorción en partículas y cambios en el estado de oxidación por reacciones con oxígeno, agua, suelo y microorganismos, la exposición al As constituye un problema de salud pública en muchas áreas del planeta (Gehle et al., 2013).

Las fuentes más comunes de As en ambientes naturales son las rocas volcánicas, sedimentarias marinas, depósitos minerales hidrotermales y las aguas geotermales asociadas, así como combustibles fósiles como carbón y petróleo. El As se encuentra combinado con azufre (S) o metales como manganeso (Mn), hierro (Fe), cobalto (Co), níquel (Ni), plata (Ag) o estaño (Sn), el mineral principal del As es arsenopirita (FeAsS), y otros arseniuros metálicos incluyen löllingita (FeAs₂), niccolita (NiAs), cobalto brillante (CoAsS), gersdorffita (NiAsS) y esmaltita (CoAs₂), los arseniatos y tioarseniato naturales son comunes y la mayoría de los minerales de sulfuro contienen As (Bundschuh et al., 2008).

2.1.1. *Propiedades*

Las propiedades físicas del As incluyen:

- Estado físico: el As es un sólido a temperatura ambiente.
- Color: el As es de color gris plateado o blanco plateado.
- Brillo: el As tiene un brillo metálico brillante.
- Densidad: la densidad del As es de aproximadamente 5,73 g/cm³.
- Punto de fusión: el punto de fusión del As es de 817 °C.
- Punto de ebullición: el punto de ebullición del As es de 613 °C.
- Solubilidad: el As es insoluble en agua, pero soluble en algunos ácidos.

- Conductividad eléctrica: el As es un conductor eléctrico moderado.
- Conductividad térmica: el As tiene una conductividad térmica baja.
- Estado alotrópico: el As existe en varias formas alotrópicas, incluyendo gris, amarillo y negro.

2.2. Contaminación por As en aguas

La contaminación por As en las aguas superficiales es un problema que afecta a varios países de Latinoamérica, desde la década de 1960, en Antofagasta, Chile, se ha informado sobre la presencia de altas concentraciones de As en el agua, lo que ha ocasionado problemas dermatológicos y diversos tipos de cáncer en la población expuesta. Además, en Perú, los ríos Colazas y Salado, contaminados por As geogénico, alimentan el lago Aricota, creando un problema medioambiental (Litter et al., 2020).

En el Altiplano boliviano, las aguas superficiales que lo atraviesan son alcalinas y contienen As en la fase soluble, lo que representa un riesgo para la salud de las comunidades cercanas; En Brasil, la lixiviación intensa contribuye a la incorporación de As y otros oligoelementos asociados a las aguas infiltradas y superficiales de la cuenca del Amazonas. Aunque estos niveles no son perjudiciales para la salud humana, la explotación activa de oro, plomo-zinc y rocas portadoras de minerales de As causa importantes contaminaciones puntuales en algunos sectores (Costa et al., 2015).

El estudio del problema del As en las aguas superficiales es aún incipiente, pero es importante que se continúen realizando estudios y monitoreos para identificar las áreas más afectadas y tomar medidas para evitar la exposición de la población a este peligroso contaminante (Bundschuh et al., 2008).

2.3. Nanotecnología

La Nanotecnología es un campo que se enfoca en la manipulación de materiales a escala nanométrica específicamente menores a 100 nm, esto implica trabajar con nanoestructuras, las cuales son bloques de construcción que incluyen clusters, nanopartículas, nanotubos y nanofibras, que se forman a partir de átomos y moléculas. Mediante la manipulación de estos bloques, se pueden crear materiales y dispositivos nanoestructurados, lo que es el objetivo central de la nanotecnología (Camarillo et al., 2018).

Un aspecto clave de la nanotecnología es que los materiales fabricados a escala nanométrica tienen menos defectos y mejor calidad en comparación con los materiales fabricados en grandes cantidades. Esto se debe a que las propiedades de estos materiales son totalmente iguales, manteniendo todas las mismas cantidades de divisiones, longitud y diámetro, pero con una estructura diferente (Quintili, 2019).

Cabe destacar que, aunque la nanotecnología ofrece grandes posibilidades en diversos campos, es importante tomar en cuenta los posibles riesgos ambientales y de salud asociados con el uso de materiales nanoestructurados, por lo tanto, se requiere una regulación adecuada y la implementación de medidas de seguridad para minimizar los impactos negativos (Baladrán y Mendoza 2021).

2.3.1. Clasificación de la nanotecnología

La nanotecnología se clasifica en dos enfoques: el Top-down y el Bottom-up. En el Top-down, se busca la miniaturización de estructuras para obtener sistemas funcionales a nanoescala, especialmente en la producción de nanoelectrónica. Por otro lado, en el Bottom-up, se centra en la construcción de estructuras y objetos a partir de componentes atómicos y moleculares, lo que permite un control preciso de la materia (Urquilla, 2019).

Además, la nanotecnología se puede subdividir en dos categorías según el entorno en el que se aplique: la nanotecnología húmeda y la nanotecnología seca. La nanotecnología húmeda se enfoca en el desarrollo de sistemas biológicos, incluyendo la manipulación de material genético, membranas, enzimas y otros componentes celulares en medios acuosos. Por otro lado, la nanotecnología seca se caracteriza por su aplicación predominante en el campo de la electrónica, donde se desarrollan materiales inorgánicos y dispositivos magnéticos y ópticos (Malik et al., 2023).

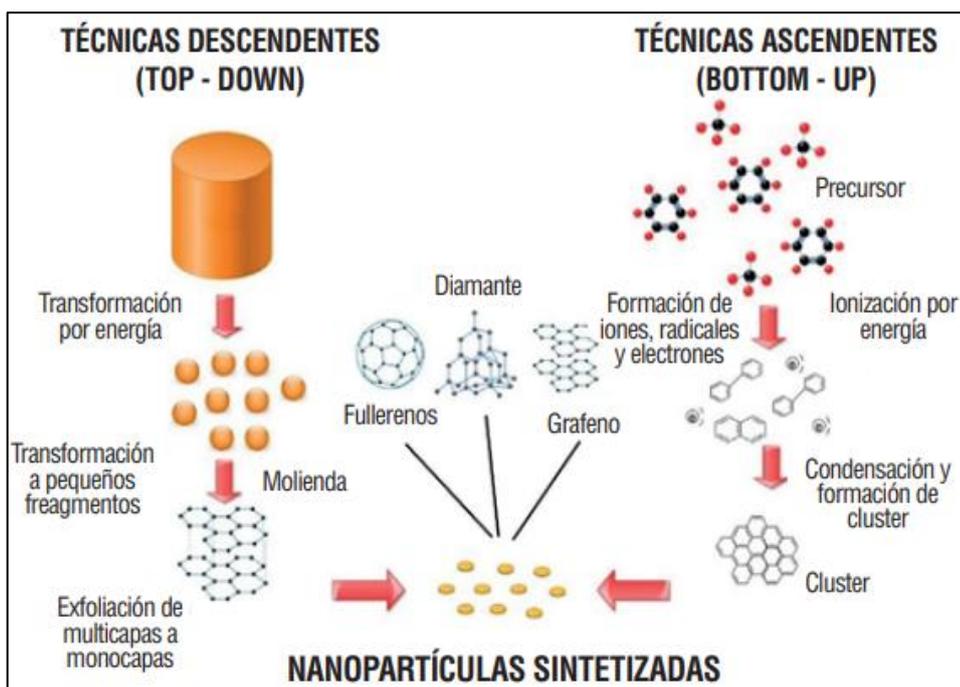


Ilustración 2-1: Técnicas de síntesis de nanopartículas

Fuente: (Urquilla, 2019).

2.4. Nanopartículas

Las nanopartículas son entidades materiales que se caracterizan por tener dimensiones en el rango nanométrico, típicamente entre 1 y 100 nanómetros, estas estructuras se forman mediante procesos de síntesis y presentan propiedades y comportamientos particulares debido a su tamaño reducido, a esta escala, las nanopartículas pueden exhibir fenómenos cuánticos y superficiales, así como una alta relación superficie-volumen, su pequeño tamaño les confiere una gran área superficial y una mayor reactividad química (Bayda et al., 2020).

2.4.1. Tipos de nanopartículas

Los tipos de nanopartículas se pueden clasificar de la siguiente manera:

Nanopartículas metálicas: Son partículas con dimensiones en el rango nanométrico compuestas por metales como oro (Au), plata (Ag), cobre (Cu), platino (Pt), entre otros, estas exhiben propiedades electrónicas y ópticas únicas, lo que las hace adecuadas para aplicaciones en campos como la catálisis, la optoelectrónica y la nanomedicina.

Nanopartículas de óxidos metálicos: Son partículas compuestas por óxidos de metales, como óxido de hierro (Fe_2O_3), óxido de zinc (ZnO), óxido de titanio (TiO_2), estas presentan propiedades

magnéticas, ópticas y fotocatalíticas interesantes, lo que las hace valiosas en aplicaciones como la eliminación de contaminantes, la energía solar y la medicina.

Nanopartículas de carbono: Comprenden estructuras como nanotubos de carbono, grafeno y fullerenos, estas destacan ya que tienen una alta conductividad eléctrica y térmica, resistencia mecánica y versatilidad química, lo que las hace valiosas en aplicaciones como la electrónica, la energía, la medicina y la nanocompósita.

Nanopartículas poliméricas: Son partículas formadas por polímeros sintéticos o naturales en el rango nanométrico, estas tienen una amplia variedad de aplicaciones debido a su versatilidad y capacidad de ser modificadas químicamente para diferentes propósitos, como sistemas de liberación de fármacos, biosensores y materiales estructurales.

Nanopartículas cerámicas: Engloban partículas compuestas por materiales cerámicos como óxidos, nitruros o carburos, estas se utilizan en campos como la electrónica, la catálisis, la energía y la ingeniería de materiales debido a sus propiedades dieléctricas, térmicas y mecánicas.

2.4.2. Propiedades de las nanopartículas

Las nanopartículas presentan una serie de propiedades distintivas debido a su tamaño reducido y alta relación superficie-volumen, estas propiedades incluyen:

Propiedades ópticas: Las nanopartículas pueden exhibir fenómenos de absorción, emisión y dispersión de luz dependiendo de su composición y tamaño, esto las hace útiles en aplicaciones como la fotónica, la óptica no lineal y la nanomedicina.

Propiedades electrónicas: A escala nanométrica, los electrones en las nanopartículas pueden comportarse de manera cuántica, lo que les confiere propiedades eléctricas únicas, esto las hace valiosas en aplicaciones como la electrónica molecular, los sensores y los dispositivos fotovoltaicos.

Propiedades magnéticas: Algunas nanopartículas, como las nanopartículas de óxido de hierro, exhiben propiedades magnéticas notables, estas pueden ser utilizadas en aplicaciones como la separación de materiales, la terapia de hipertermia y la imagenología magnética.

Propiedades térmicas: Debido a su alta relación superficie-volumen, las nanopartículas pueden tener una mayor capacidad para almacenar y transferir calor, tiene aplicaciones como la refrigeración, la termoterapia y la catálisis térmica.

Propiedades mecánicas: Las nanopartículas pueden tener una resistencia mecánica y dureza superiores en comparación con las partículas a granel del mismo material, esto las hace adecuadas para aplicaciones en materiales estructurales y recubrimientos.

2.5. Nanopartículas magnéticas

Las nanopartículas magnéticas son estructuras a escala nanométrica que exhiben propiedades magnéticas debido a su composición y estructura cristalinas, estas partículas están compuestas principalmente por materiales ferromagnéticos como óxidos de hierro, níquel o cobalto, su tamaño, forma y composición pueden ser cuidadosamente controlados a nivel nanométrico para obtener propiedades magnéticas específicas y adaptar su comportamiento a diferentes aplicaciones científicas y tecnológicas (Altammar, 2023).

2.5.1. Tipos de nanopartículas magnéticas

Existen varios tipos de nanopartículas magnéticas que se diferencian por su composición química y estructura cristalina. Algunos de los tipos más comunes son:

Nanopartículas de ferrita de níquel (NiFe_2O_4): Estas nanopartículas consisten en una combinación de níquel, hierro y oxígeno, presentan propiedades magnéticas ajustables y una alta estabilidad química, las nanopartículas de ferrita de níquel se utilizan en aplicaciones como la fabricación de dispositivos magnéticos, la remediación de contaminantes, la adsorción y liberación de fármacos, así como en aplicaciones biomédicas como la imagenología y la terapia magnética (Seo et al., 2017).

Nanopartículas de aleación magnética: Estas nanopartículas están compuestas por una mezcla de diferentes metales magnéticos, como hierro, cobalto y níquel, en proporciones variables. La aleación de estos metales puede modificar y ajustar las propiedades magnéticas de las nanopartículas, lo que permite aplicaciones específicas en campos como la electrónica, la magnetoóptica y la catálisis magnética (Huang et al., 2023).

Nanopartículas de material metálico: Además de las nanopartículas de óxido de hierro y las nanopartículas de aleación magnética, también existen nanopartículas magnéticas compuestas por

materiales metálicos puros, como hierro, cobalto o níquel. Estas nanopartículas presentan propiedades magnéticas distintivas y se utilizan en aplicaciones como la grabación magnética, la fabricación de dispositivos magnéticos de alta densidad y la magnetorresistencia (Ma et al., 2023).

Cada tipo de nanopartícula magnética tiene características específicas que las hacen adecuadas para diferentes aplicaciones científicas y tecnológicas, la selección del tipo de nanopartícula magnética depende de los requisitos de la aplicación y de las propiedades magnéticas deseadas.

2.5.2. *Nanopartículas de óxido de hierro*

Las nanopartículas de óxido de hierro han surgido como un área de investigación destacada en el campo de la nanotecnología debido a sus propiedades magnéticas y su amplio potencial de aplicaciones en diversas disciplinas científicas y tecnológicas, estas partículas, compuestas por óxidos de hierro como la magnetita (Fe_3O_4) y la maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), exhiben características únicas a nivel nanométrico que las distinguen de otros materiales (Xu y Sun, 2009).

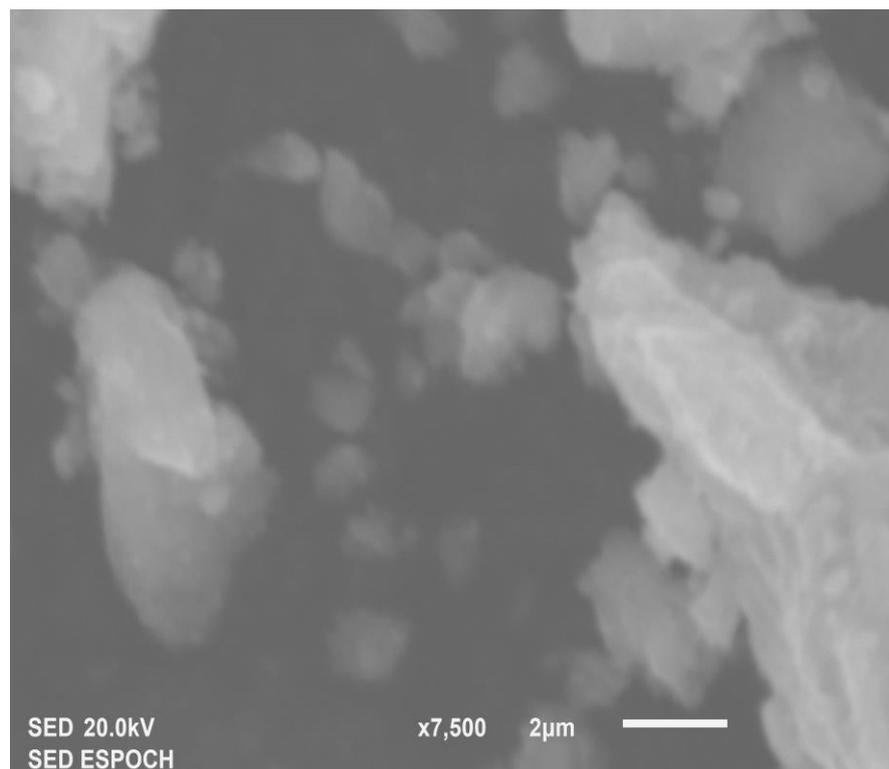


Ilustración 2-2: Nanopartículas de óxido de hierro

Realizado por: Morillo L., 2024

2.5.2.1. Propiedades

Las propiedades de las nanopartículas de óxido de hierro son de gran importancia debido a su influencia en su comportamiento magnético y su potencial de aplicaciones, estas propiedades se derivan de su estructura cristalina y su tamaño nanométrico, y comprenden características magnéticas, físicas y químicas distintivas.

Las nanopartículas de óxido de hierro exhiben una alta magnetización saturada, lo que significa que tienen un momento magnético significativo cuando se exponen a un campo magnético. Esta propiedad magnética es esencial para aplicaciones en campos como la resonancia magnética (MRI) y la hipertermia magnética (Arosio, 2021).

Además, estas nanopartículas presentan una baja coercitividad, lo que implica que pueden cambiar rápidamente su magnetización en respuesta a un campo magnético externo. Esto es esencial para la manipulación y control de las partículas en aplicaciones como la separación magnética y la liberación controlada de fármacos (Obaidat et al., 2014).

Otra propiedad relevante es la respuesta al campo magnético alterno, las nanopartículas de óxido de hierro tienen la capacidad de generar calor mediante la relajación magnética cuando se someten a un campo magnético alterno, esto es utilizado en aplicaciones de hipertermia magnética, donde se busca generar calor selectivo en áreas específicas para el tratamiento de tumores (Guimarães, 2017).

En términos de estabilidad, estas nanopartículas son conocidas por su resistencia a la oxidación y su capacidad de conservar sus propiedades magnéticas a largo plazo, esto es crucial para garantizar su durabilidad y efectividad en aplicaciones tanto en entornos biológicos como en aplicaciones industriales (Ma et al., 2023).

2.5.2.2. Aplicaciones

Las nanopartículas de óxido de hierro han demostrado tener una amplia gama de aplicaciones en diversos campos debido a sus propiedades magnéticas y su capacidad para interactuar con campos magnéticos externos; en el campo de la medicina, se utilizan como agentes de contraste en resonancia magnética para mejorar la detección y visualización de tumores y lesiones en el cuerpo humano, también se exploran como vehículos de liberación de fármacos, donde se cargan con medicamentos y se dirigen a áreas específicas del cuerpo para una entrega precisa y controlada, además, se investiga su uso en la terapia de hipertermia magnética, donde las nanopartículas se

calientan mediante un campo magnético para destruir selectivamente las células cancerosas (Salata, 2004).

En la industria de la separación magnética, las nanopartículas de óxido de hierro se utilizan para la purificación de agua y la eliminación de contaminantes, debido a su alta magnetización, pueden ser fácilmente manipuladas y separadas de una mezcla utilizando campos magnéticos, lo que las convierte en una herramienta efectiva para la eliminación de metales pesados y otros contaminantes del agua (Ali et al., 2021).

Otras aplicaciones incluyen la fabricación de materiales compuestos magnéticos, como películas magnéticas y nanocompuestos, utilizados en la electrónica y la ingeniería de materiales, también se investiga su uso en la generación de energía, como en la captura y conversión de energía fotovoltaica.

2.6. Síntesis de nanopartículas

La síntesis de nanopartículas es un proceso fundamental en la producción y obtención de estas estructuras a escala nanométrica, se refiere a la fabricación controlada y reproducible de partículas de tamaño nanométrico con propiedades específicas. Existen diversas técnicas y métodos de síntesis utilizados en la producción de nanopartículas, que van desde enfoques químicos convencionales hasta enfoques más avanzados como la síntesis verde y la síntesis asistida por plantas (Gour y Jain, 2019).

La síntesis de nanopartículas implica la formación y crecimiento de partículas a partir de precursores químicos o materiales de partida, en los métodos químicos convencionales, se utilizan reactivos químicos específicos, como sales metálicas, y se llevan a cabo reacciones controladas para producir nanopartículas, estos métodos suelen requerir condiciones especiales de temperatura, presión y pH para obtener partículas de tamaño y forma deseados (PATIL et al., 2021).

Entre los principales métodos de síntesis de nanopartículas se encuentran;

Síntesis química: La síntesis química implica la utilización de reacciones químicas controladas para producir nanopartículas, se utilizan reactivos químicos específicos y se aplican condiciones de temperatura, presión y pH para obtener partículas con propiedades deseadas.

Síntesis por precipitación: En este método, se producen nanopartículas mediante la formación de un precipitado a partir de soluciones acuosas, el control de la cinética de precipitación permite ajustar el tamaño y la morfología de las partículas resultantes.

Síntesis por reducción química: En esta técnica, se emplean agentes reductores para reducir los precursores metálicos y generar nanopartículas, se pueden utilizar compuestos como borohidruro de sodio, hidracina o ácido ascórbico como agentes reductores.

Síntesis por descomposición térmica: En este enfoque, los precursores orgánicos se someten a altas temperaturas, lo que conduce a su descomposición y formación de nanopartículas, la temperatura y el tiempo de calentamiento se controlan para obtener partículas de tamaño y composición específicos.

Síntesis asistida por microondas: Este método utiliza radiación de microondas para calentar rápidamente los precursores y acelerar las reacciones de síntesis, la energía de microondas mejora la eficiencia y la velocidad de formación de nanopartículas.

Síntesis por irradiación láser: La irradiación láser se utiliza para calentar selectivamente los precursores y promover reacciones de síntesis controladas, la energía del láser permite la formación de nanopartículas con propiedades específicas y controladas.

Síntesis por descomposición de precursores gaseosos: En este enfoque, los precursores gaseosos se descomponen en condiciones de alto vacío o plasma para formar nanopartícula se utiliza principalmente en la síntesis de nanotubos de carbono y materiales relacionados.

2.6.1. Síntesis verde

La síntesis verde es un enfoque innovador y sostenible para la producción de nanopartículas, que busca minimizar el impacto ambiental y promover la utilización de recursos renovables, en contraste con los métodos convencionales que emplean reactivos químicos tóxicos y solventes nocivos, la síntesis verde utiliza extractos vegetales, enzimas u otros componentes naturales como agentes reductores y estabilizadores (Gour y Jain, 2019).

Este enfoque presenta diversas ventajas significativas en términos de sostenibilidad y seguridad ambiental, lo primordial es que se evita el uso de sustancias químicas dañinas, reduciendo la generación de residuos peligrosos y minimizando el riesgo para la salud humana y el ecosistema, además, la síntesis verde contribuye al ahorro de energía y agua, lo que favorece la conservación de recursos (Aswathi et al., 2023).

2.6.2. Síntesis verde con plantas

La síntesis verde con plantas se enfoca específicamente en el uso de extractos de plantas como agentes reductores y estabilizadores en la síntesis de nanopartículas. Las plantas son una fuente rica en compuestos fitoquímicos, como polifenoles, flavonoides y terpenoides, que poseen propiedades reductoras y pueden influir en la morfología y estabilidad de las nanopartículas, la elección de plantas adecuadas y la optimización de las condiciones de extracción son aspectos clave en este proceso (Singh et al., 2018).

El proceso de síntesis verde con plantas es una metodología que utiliza extractos de plantas como agentes reductores y estabilizadores en la producción de nanopartículas. A continuación, se describe el proceso general de síntesis verde con plantas:

Selección de plantas: Se eligen plantas con alto contenido de compuestos fitoquímicos, como polifenoles, flavonoides y terpenoides, que poseen propiedades reductoras, se consideran factores como la disponibilidad, la facilidad de cultivo y la abundancia de los extractos deseados.

Preparación del extracto: Se recolectan las partes de la planta adecuadas, como hojas, tallos o raíces, y se procesan para obtener un extracto, este proceso puede implicar la trituración de las plantas, seguida de la extracción en un solvente apropiado, como agua, etanol o metanol, el extracto resultante contiene los compuestos fitoquímicos necesarios para la síntesis de nanopartículas.

Reducción de los precursores metálicos: Se prepara una solución acuosa que contiene sales metálicas, como cloruros o nitratos, que actuarán como precursores para la formación de las nanopartículas, luego, se agrega el extracto vegetal al precursor metálico y se inicia el proceso de reducción.

Formación y estabilización de nanopartículas: Los compuestos fitoquímicos presentes en el extracto vegetal actúan como agentes reductores, facilitando la reducción de los precursores metálicos y la formación de las nanopartículas, además, estos compuestos también pueden funcionar como agentes estabilizadores, impidiendo que las nanopartículas se agreguen o se aglomeren.

Caracterización de las nanopartículas: Una vez completada la síntesis, se lleva a cabo la caracterización de las nanopartículas obtenidas, esto implica técnicas como microscopía electrónica de transmisión (TEM) para determinar el tamaño y la morfología de las

nanopartículas, espectroscopia UV-Vis para evaluar sus propiedades ópticas y técnicas de dispersión dinámica de luz (DLS) para medir su estabilidad en suspensión.

2.7. Técnicas de caracterización

La caracterización de nanopartículas se refiere al conjunto de técnicas utilizadas para estudiar y evaluar las propiedades físicas, químicas y estructurales de estas diminutas partículas, debido a su tamaño nanométrico, las nanopartículas pueden exhibir propiedades únicas y comportamientos distintos a los materiales a granel. La caracterización es fundamental para comprender y controlar las propiedades de las nanopartículas, así como para su aplicabilidad en diversos campos como la nanomedicina, la catálisis, la electrónica y la energía (Mourdikoudis et al., 2018).

Las técnicas de caracterización incluyen métodos de imagen como la microscopía electrónica de transmisión (TEM) y la microscopía de fuerza atómica (AFM), así como técnicas espectroscópicas como la espectroscopia UV-Vis, la espectroscopia de infrarrojo (IR) y la difracción de rayos X (XRD). Estas técnicas permiten determinar propiedades como el tamaño, la forma, la estructura cristalina, la composición química y las propiedades ópticas de las nanopartículas, la caracterización precisa y detallada es esencial para comprender las propiedades y el comportamiento de las nanopartículas, lo que facilita su diseño, síntesis y aplicaciones en diversas áreas científicas y tecnológicas (Dlamini et al., 2023).

2.7.1. Espectroscopia infrarroja

La espectroscopia infrarroja es una técnica de caracterización empleada en el estudio de nanopartículas, se basa en la interacción de la radiación infrarroja con las partículas, permitiendo obtener información sobre las vibraciones moleculares presentes en ellas. Esta radiación consiste en ondas electromagnéticas de menor energía que la luz visible, pero con longitudes de onda más largas, se realiza mediante un espectrómetro de infrarrojo, que registra la radiación transmitida o reflejada por las nanopartículas en diferentes longitudes de onda. La interpretación de los espectros infrarrojos proporciona detalles sobre la composición química, la estructura molecular y las modificaciones superficiales presentes en las nanopartículas (Heera y Shanmugam, 2015).

En el caso de las nanopartículas, la espectroscopia infrarroja se utiliza para analizar su composición química y estructura molecular, cuando la radiación infrarroja incide sobre las nanopartículas, las moléculas que las conforman absorben selectivamente ciertas longitudes de onda, lo que genera un espectro infrarrojo característico, este espectro puede proporcionar

información sobre los enlaces químicos presentes en las nanopartículas, así como sobre la presencia de grupos funcionales y la identificación de compuestos químicos.



Ilustración 2-3: Espectroscopio infrarrojo

Fuente: (Dlamini et al., 2023)

2.7.2. *Espectroscopia ultravioleta*

La espectroscopia ultravioleta, una técnica altamente empleada en el análisis de nanopartículas, se basa en la interacción de la radiación ultravioleta con dichas entidades, esta metodología permite investigar las transiciones electrónicas inherentes a las nanopartículas, la radiación ultravioleta, constituida por ondas electromagnéticas de mayor energía y menor longitud de onda que la luz visible, desempeña un papel crucial en este proceso (Smith et al., 2020).

Para llevar a cabo la espectroscopia ultravioleta, se recurre a un espectrofotómetro UV-Vis, el cual mide la absorbancia o transmitancia de la radiación ultravioleta por parte de las nanopartículas. Con base en estos datos, es posible determinar aspectos fundamentales, como la banda de absorción, la energía del hueco prohibido y la concentración de las nanopartículas en cuestión, este enfoque analítico se destaca por su relevancia en la evaluación de la pureza y calidad de las muestras de nanopartículas, además de permitir el análisis de sus propiedades ópticas y electrónicas (Picollo et al., 2019).



Ilustración 2-4: Espectroscopio ultravioleta

Fuente: (Dlamini et al., 2023)

2.7.3. Microscopía electrónica de barrido

La microscopía electrónica de barrido (MEB) es una técnica de carácter morfológico y estructural ampliamente empleada en el estudio de las nanopartículas debido a su alta resolución espacial y su capacidad para revelar detalles en la escala nanométrica, esta técnica se basa en la interacción de un haz de electrones acelerados con la muestra, generando diversas señales que son detectadas y procesadas para obtener imágenes tridimensionales de la superficie de las nanopartículas (Alqaheem y Alomair, 2020).

La MEB permite la visualización y análisis de características morfológicas y topográficas de las nanopartículas, tales como forma, tamaño, porosidad y distribución de tamaño de partícula. Además, gracias a la capacidad de detección de rayos X dispersados y emitidos por la muestra, la técnica puede ofrecer información sobre la composición elemental de las nanopartículas (Gee y Bauder, 2018).

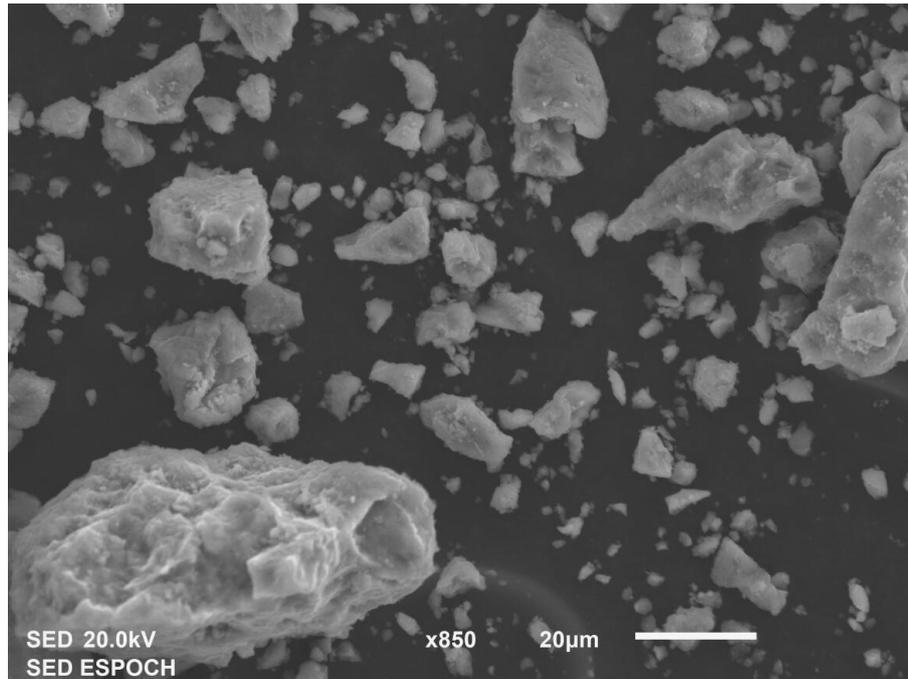


Ilustración 2-5: Imagen MEB de NP- Fe₂O₃

Realizado por: Morillo L., 2024

2.7.4. Microscopía electrónica de transmisión

La microscopía electrónica de transmisión (MET) es una técnica de alta resolución ampliamente empleada en la caracterización de nanopartículas, se basa en la interacción de un haz de electrones acelerados con la muestra, permitiendo obtener imágenes de alta resolución a nivel atómico y revelar detalles estructurales y morfológicos, la MET se lleva a cabo mediante la generación de un haz de electrones de alta energía que se dirige hacia una muestra preparada en forma de lámina delgada, los electrones se transmiten a través de la muestra, experimentando diferentes procesos de dispersión, como la dispersión elástica e inelástica, lo cual brinda información valiosa sobre la composición, estructura cristalina y topografía de las nanopartículas (Titus et al., 2018).

La MET se realiza en un microscopio electrónico especializado que consta de una columna de electrones, que incluye un cañón de electrones, una serie de lentes magnéticas para enfocar el haz y un sistema de detección de electrones para capturar las señales resultantes, las imágenes obtenidas en la MET ofrecen una resolución excepcional, permitiendo la visualización de detalles a escala atómica (Mourdikoudis et al., 2018).

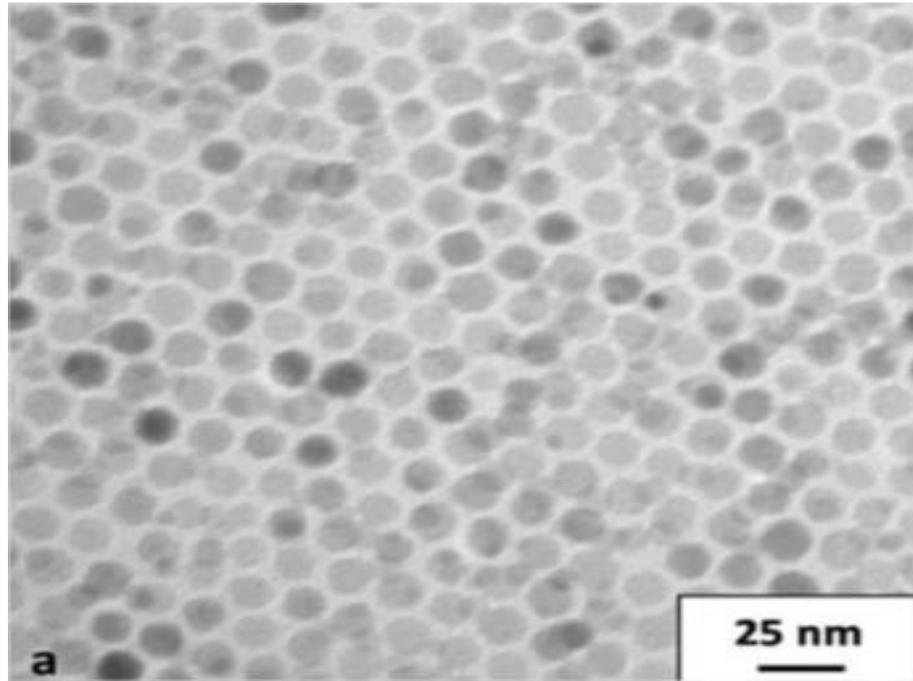


Ilustración 2-6: Imagen TEM de nanopartículas

Fuente: (Mourdikoudis et al., 2018)

CAPÍTULO III

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1. Características de la investigación

El enfoque de la investigación es de tipo cuantitativo ya que se calcularon las concentraciones finales de As en las soluciones acuosas, siendo un trabajo experimental dada la existencia de factores manipulables tales como la cantidad de cantidad de nanopartículas de óxido de hierro, el pH y la temperatura que intervinieron de manera directa en las concentraciones finales de As, de esta forma, la toma de datos para el desarrollo de la investigación fue transversal, ya que las mediciones de las concentraciones de As se lo realizo una sola vez, así mismo, el nivel de este proyecto fue aplicativo puesto que no solo recolectará datos, sino que se buscará resolver el problema de la contaminación de fuentes de agua con As.

3.2. Área de estudio

El presente trabajo de investigación se desarrolló en el laboratorio de química instrumental, de la Facultad de Ciencias de la Escuela Superior de Chimborazo, ubicada en la Panamericana Sur km 1 1/2 del Cantón Riobamba, provincia de Chimborazo.

3.3. Parte experimental

3.3.1. *Materiales, reactivos y equipos*

3.3.1.1. *Materiales*

- Balones de aforo
- Vasos de precipitación
- Pipetas graduadas
- Kitasato
- Embudo Büchner
- Probetas
- Botellas ámbar
- Tubos falcón
- Espátulas
- Varilla de agitación

3.3.1.2. *Reactivos y sustancias*

- Cloruro ferroso grado reactivo
- Cloruro férrico

- Hidróxido de sodio
- As estándar
- Ácido clorhídrico
- Extracto de eucalipto
- Etanol
- Agua destilada
- Agua desionizada

3.3.1.3. Equipos

- Centrifuga
- Agitador magnético
- Espectrofotómetro Uv-vis
- Espectrofotómetro IR
- Microscopio de transmisión
- Microscopio electrónico de barrido
- Balanza analítica
- Estufa

3.4. Método

3.4.1. Síntesis de nanopartículas de óxido de hierro

La metodología empleada para obtener nanopartículas de óxido de hierro se basa en la síntesis verde mediante el uso de extractos de plantas, esta técnica se encuentra dentro de la clasificación de procesos bottom up, consiste en utilizar dichos extractos como agente reductor y agente estabilizante, dando como resultado una reducción fitoquímica de la sal del metal produciendo así las nanopartículas de óxido de hierro. Para esto se realizó una revisión bibliográfica sobre la capacidad reductora del eucalipto (Pabón et al., 2022).

La síntesis de NP- Fe_2O_3 se dividió en dos partes: la primera, extracción del extracto acuoso de y la segunda, obtención de las nanopartículas.

3.4.1.1. Obtención del extracto acuoso de *Eucalyptus globulus*

Las hojas seleccionadas fueron recolectadas utilizando fundas plásticas de cierre hermético, con el objetivo de garantizar una adecuada preservación de la muestra, esta técnica de recolección permitió minimizar la exposición de las hojas a factores externos, tales como la humedad, la luz y la temperatura, que podrían haber afectado la integridad y calidad de la muestra.



Ilustración 3-1: Hojas de eucalipto recolectadas de diferentes árboles

Realizado por: Morillo L., 2024

Con el propósito de remover impurezas y organismos, se procedió a lavar las hojas con agua destilada



Ilustración 3-2: Lavado de las hojas de eucalipto

Realizado por: Morillo L., 2024

El proceso de secado se llevó a cabo en una bandeja de aluminio a una temperatura de 60°C durante un período de 24 horas.



Ilustración 3-3: Pasadas las 24 horas las hojas están completamente secas

Realizado por: Morillo L., 2024

Primero, se preparó una solución mediante la adición de 100 ml de agua destilada, luego, se llevó a cabo un proceso de calentamiento de la solución hasta que alcanzó una temperatura de 80 °C.



Ilustración 3-4: Se calentó por 8 minutos el agua destilada hasta alcanzar los 80 °C

Realizado por: Morillo L., 2024

Después de que alcanzó la temperatura deseada de 80°C, se agregaron las hojas de eucalipto previamente cortadas a la solución preparada de 100 ml de agua destilada, posteriormente, se mantuvo la mezcla a esta temperatura durante 5 minutos en una plancha de calentamiento.



Ilustración 3-5: Hojas de eucalipto hirviendo a 80 °C por 5 minutos

Realizado por: Morillo L., 2024

A continuación, se retiró la solución de la plancha y se dejó enfriar a temperatura ambiente.



Ilustración 3-6: Solución enfriada a temperatura ambiente

Realizado por: Morillo L., 2024

El extracto acuoso de *Eucalyptus globulus* fue sometido a un proceso de filtración simple utilizando un embudo Büchner.



Ilustración 3-7: Proceso de filtrado del extracto acuoso de *Eucalyptus globulus*

Realizado por: Morillo L., 2024

El extracto acuoso de *Eucalyptus globulus* se transfirió a frascos de vidrio color ámbar para su adecuado almacenamiento.



Ilustración 3-8: Frascos ámbar etiquetado para el almacenamiento de extracto de *Eucalyptus globulus*

Realizado por: Morillo L., 2024

Las muestras se almacenaron a una temperatura de 4°C en refrigeración para su posterior uso en la síntesis de nanopartículas de óxido de hierro.



Ilustración 3-9: Almacenamiento de extracto de *Eucalyptus globulus* a 3°C

Realizado por: Morillo L., 2024

3.4.1.2. Obtención de nanopartículas de hierro

Para la síntesis, se preparó una solución combinando cloruro ferroso y cloruro férrico en agua desionizada, con una masa de 0.256 g y 0.550 g, respectivamente, en un matraz aforador de 100 ml.

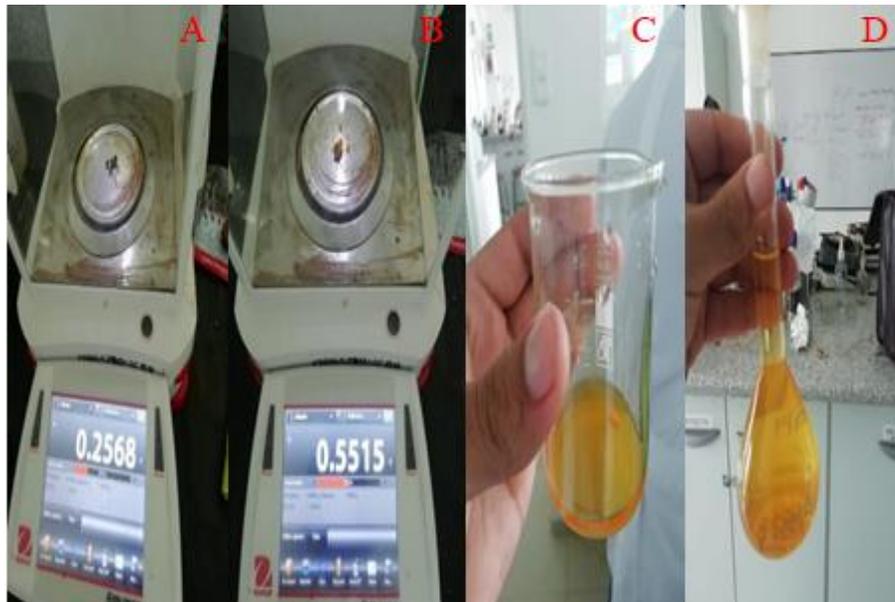


Ilustración 3-10: Preparación de la solución de cloruros

Realizado por: Morillo L., 2024

Se colocó la solución en un vaso de precipitación y se agitó constantemente.



Ilustración 3-11: Agitación de la solución

Realizado por: Morillo L., 2024

Después de 5 minutos de agitación, se añadieron 0.8 ml del extracto de eucalipto preparado a partir de 10 g de hojas de eucalipto.



Ilustración 3-12: Adición del extracto de *Eucalyptus globulus* a la solución

Realizado por: Morillo L., 2024

A continuación, se añadió una solución de hidróxido de sodio gota a gota hasta que la mezcla alcanzara un pH de 10, mientras se monitoreaba continuamente el pH durante todo el proceso.



Ilustración 3-13: Goteo constante de NaOH

Realizado por: Morillo L., 2024

Se dejó en reposo la mezcla para permitir que las NP-Fe₂O₃ se sedimentaran al fondo del vaso de precipitación.



Ilustración 3-14: NP-Fe₂O₃ precipitadas al fondo del contenedor

Realizado por: Morillo L., 2024

Para el lavado de las nanopartículas de óxido de hierro, se colocó la solución de nanopartículas en tubos Falcon.



Ilustración 3-15: Tubos Falcon con la solución de NP-Fe₂O₃

Realizado por: Morillo L., 2024

Se procedió a centrifugar los tubos Falcon durante 15 minutos para permitir que las nanopartículas de óxido de hierro se sedimentaran en el fondo de los tubos.



Ilustración 3-16: Proceso de centrifugado

Realizado por: Morillo L., 2024

El sobrenadante fue descartado y se realizaron cuatro lavados utilizando dos soluciones diferentes. Los dos primeros lavados se realizaron con alcohol al 70%, mientras que los dos últimos se llevaron a cabo con agua desionizada, cada uno de ellos con una duración de 15 minutos.



Ilustración 3-17: Lavado con alcohol al 70% de las NP-Fe₂O₃

Realizado por: Morillo L., 2024

Después del último lavado, se transfirió el contenido de los tubos Falcon a un vaso de precipitación.



Ilustración 3-18: NP-Fe₂O₃ luego de 4 lavados

Realizado por: Morillo L., 2024

Las nanopartículas de óxido de hierro fueron secadas en la estufa a una temperatura de 65°C durante 24 horas.



Ilustración 3-19: Secado de las NP-Fe₂O₃

Realizado por: Morillo L., 2024

Una vez transcurridas las 24 horas de secado, las nanopartículas secas fueron retiradas y se procedió a realizar su pesaje y posterior almacenamiento.

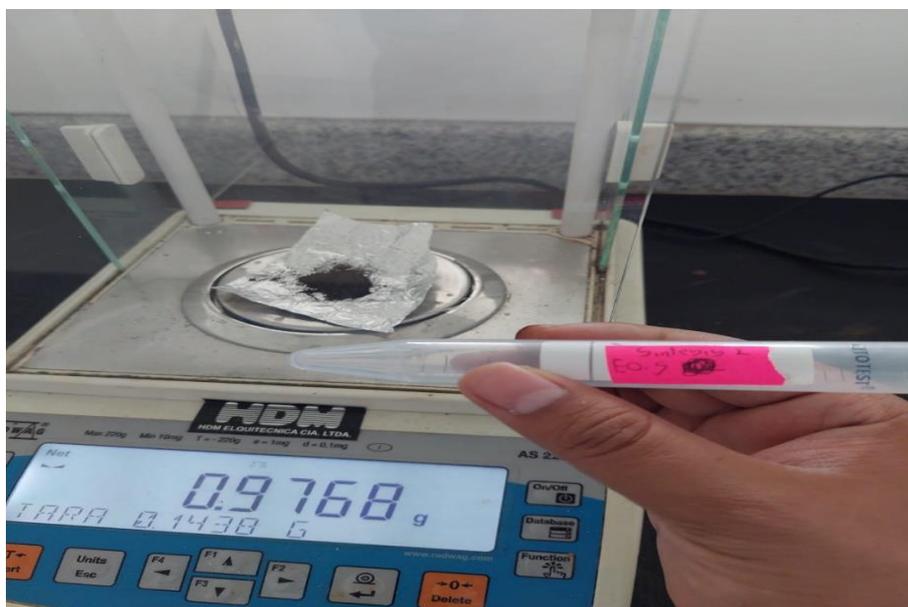


Ilustración 3-20: Pesaje y almacenamiento de las NP-Fe₂O₃

Realizado por: Morillo L., 2024

3.4.2. Caracterización de las nanopartículas

Para llevar a cabo la metodología de caracterización de las nanopartículas de interés, se procedió a la obtención de una muestra representativa, la cual fue cuidadosamente dispuesta en la celda de

muestra de la espectroscopia IR en esta etapa, se llevaron a cabo mediciones de espectros IR en el rango pertinente para analizar los enlaces químicos y grupos funcionales presentes en las nanopartículas, el análisis detallado de los picos espectrales obtenidos mediante la espectroscopia IR permitió una identificación precisa de características químicas específicas, proporcionando así una comprensión detallada de la composición molecular de las nanopartículas, posteriormente, para explorar la morfología de las nanopartículas, se adquirió una muestra representativa que fue sometida a un exhaustivo examen mediante SEM, este proceso posibilitó la obtención de imágenes de alta resolución, mientras que el análisis minucioso del tamaño de las partículas y su distribución en la muestra mediante SEM contribuyó significativamente a la caracterización completa de las propiedades físicas de las nanopartículas en estudio

3.4.3. Remoción de As de soluciones acuosas

El análisis de la adsorción de As se realizó mediante espectrometría de absorción atómica previa filtración de las muestras, la técnica de análisis instrumental permite determinar la concentración de As total basada en la formación del hidruro de As y su atomización a temperatura ambiente y su análisis en un espectrómetro con lámpara de cátodo hueco.

3.4.3.1. Pruebas para determinar el efecto del tiempo de contacto

En el caso de la determinación de la influencia del tiempo de contacto, se realizó bajo pruebas batch, se realizaron soluciones de 100 mL con una concentración de 1 ppm de As con pH 4.59, se añadió 0,1 g de nanopartículas de óxido de hierro, se agito a 200 rpm y temperatura ambiente, durante la agitación se tomó alícuotas de 10 mL cada 5 minutos, durante la primera hora y luego cada 30 minutos durante las dos horas restantes.

3.4.3.2. Pruebas para determinar el efecto de la masa

El estudio de la influencia de la masa en el proceso de remoción se realizó mediante pruebas batch, se creó soluciones de 100 mL con una concentración de 1 ppm de As con pH 4.28, la masa inicial de nanopartículas de óxido de hierro fue de 0.1g, para variar los valores de masa además de la inicial se usaron valores de 0.3 g, 0.5 g, 0.7 g y 1 g de NP-Fe₂O₃, una vez listas las soluciones se agito a 200 rpm, a temperatura ambiente por 3 horas.

3.4.3.3. Pruebas para determinar el efecto del pH

Para determinar el efecto del pH en la remoción de As, se realizaron pruebas batch, para lo cual se prepararon soluciones de 100 mL con una concentración de 1ppm de As con un pH inicial de 5 para obtener los valores deseados de pH se utilizaron soluciones de hidróxido de sodio para alcanzar los valores de pH 9 y pH 11, para alcanzar el pH 1 se usó una solución de ácido nítrico, posteriormente se llevó a agitación a 200 rpm a temperatura ambiente por 3 horas.

3.4.3.4. Pruebas para determinar el efecto de la temperatura

De igual forma para realizar el estudio de la influencia de la temperatura, se usó la metodología de las pruebas batch, para lo cual se prepararon soluciones de 100 mL con una concentración de 1ppm de As con pH 4.47, para este caso se realizaron dos pruebas una a temperatura ambiente y otra a 40 °C para lo cual se usó una plancha de calentamiento y se controló la temperatura mediante un termómetro, posteriormente se agito a 200 rpm por 3 horas.

3.4.3.5. Pruebas para determinar el efecto de la cantidad inicial de As

Para determinar el efecto de la cantidad inicial de As en la remoción de As, se realizaron pruebas batch, para lo cual se prepararon soluciones de 100 mL con una concentración de 1ppm, 5ppm, 10ppm y 20ppm a la cual se le añadieron 0.1g de NP-Fe₂O₃ posteriormente se llevó a agitación a 200 rpm a temperatura ambiente por 3 horas.

CAPÍTULO IV

4. MARCO DE INTERPRETACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1. Espectroscopia FT-IR del extracto de *Eucalyptus globulus*

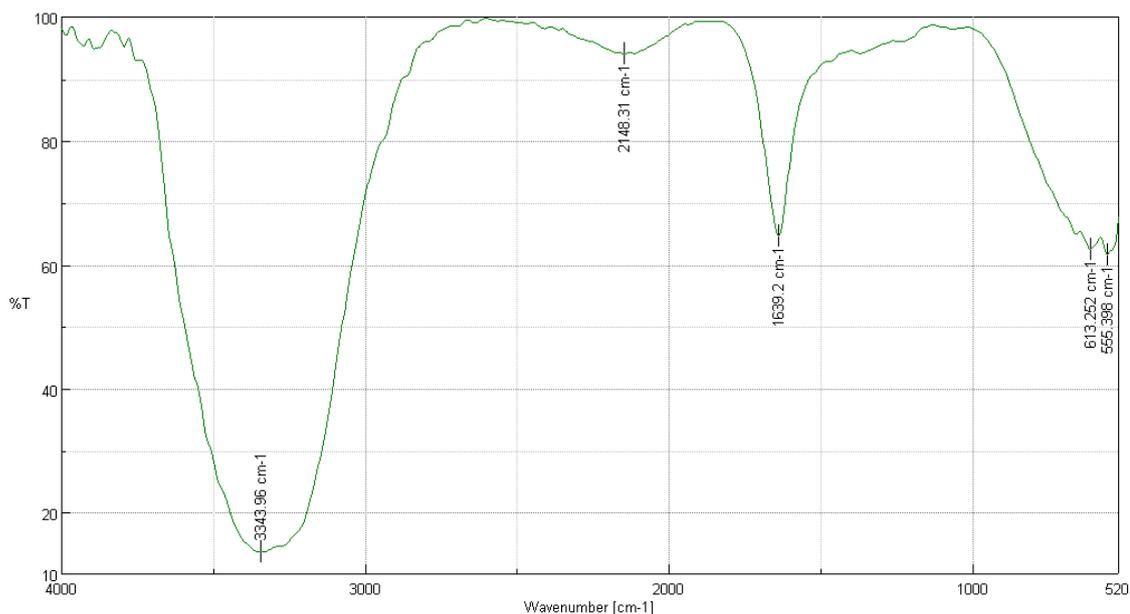


Ilustración 4-1: FT-IR del extracto de *Eucalyptus globulus*

Realizado por: Morillo L., 2024

El análisis mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR), permitió identificar de forma cualitativa los grupos funcionales que se encuentran presentes en las muestras extracto de *Eucalyptus globulus*, de acuerdo con la bibliografía este extracto se caracteriza por presentar grupos hidroxilos (-OH) de los polifenoles encontrados en el extracto, como podemos ver en la Fig. 27, se evidencia una banda a 3351.68 cm^{-1} , lo cual se puede asociar a la presencia de grupos hidroxilos (OH), también se observó una banda en 1639.2 cm^{-1} , que asocia el grupo carbonilo (-CO).

Estas dos bandas evidenciarían la presencia de grupos carboxílicos (-COOH) en el extracto de *Eucalyptus globulus*, según lo presentado por Salgado en 2018, quienes identificaron valores similares (Salgado et al., 2018), esta comparación nos permite reconocer que el componente principal presente en el extracto preparado corresponde a los polifenoles, los cuales son abundantes en el eucalipto y se incorporan posteriormente a las nanopartículas durante el proceso de síntesis.

4.2. Resultados de la síntesis de las nanopartículas en Espectroscopia FT-IR

La Fig. 28 muestra el espectro IR de las nanopartículas de óxido de hierro en un rango de longitud de onda de $4000 - 530 \text{ cm}^{-1}$, el espectro de la muestra presenta una banda vibracional en 551.542 cm^{-1} característico de las nanopartículas de óxido de hierro, Nasrazadani y Raman en 1993 confirmaron que la banda vibracional de la magnetita (Fe_3O_4) se encuentra entre 540 y 570 cm^{-1} (S. Nasrazadani & A. Raman, 1993). La banda de absorción detectada en 883.238 cm^{-1} corresponde a la banda de flexión (C-H), mientras que la banda vibracional en 3282.25 cm^{-1} corresponde a los grupos hidroxilos (-OH), en 1519.63 cm^{-1} podemos ver la banda correspondiente al grupo carbonilo (-CO).

Con estos resultados, se puede establecer que el grupo carboxilo (-COO) ha interactuado con el núcleo, enlazándose en la superficie de la partícula de magnetita. Basándonos en estos resultados y en estudios realizados por García en 2015, se puede afirmar que los polifenoles del extracto de eucalipto han interactuado con la partícula, actuando como agente reductor y estabilizador para la nanopartícula de magnetita (García, 2015).

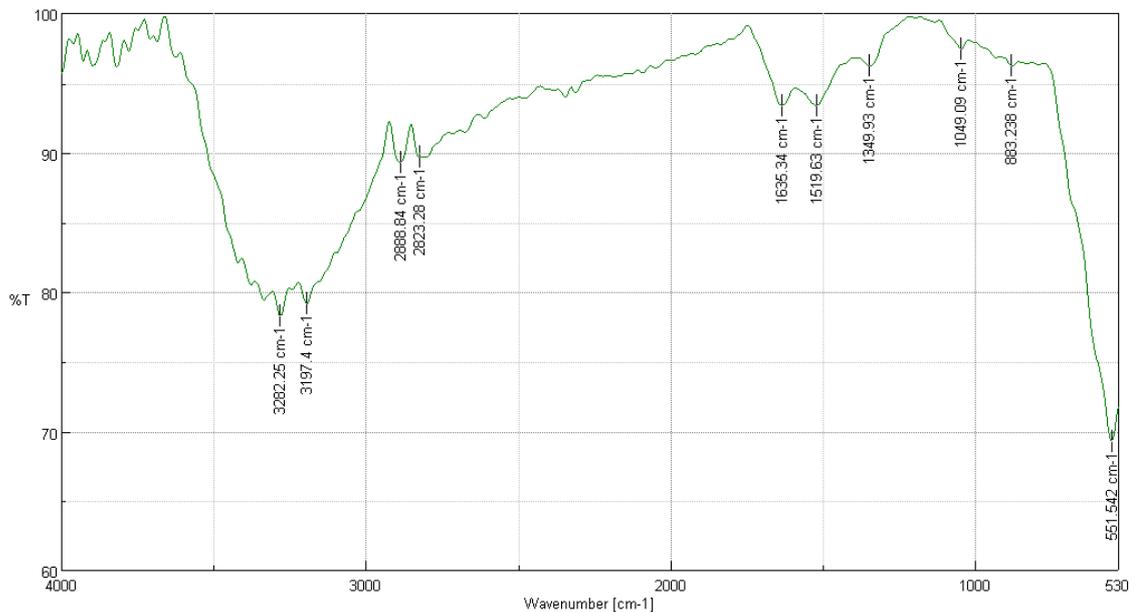


Ilustración 4-2: FT-IR de NP- Fe_2O_3

Realizado por: Morillo L., 2024

4.3. Resultados de la síntesis de las nanopartículas en SEM

Para medir el tamaño de las nanopartículas se realizó el análisis SEM pero debido a limitaciones del equipo la escala máxima que llegó fue de $2\mu\text{m}$, sin embargo, podemos notar la presencia de

micro y nanopartículas de Fe_2O_3 como podemos ver en la Fig. 29

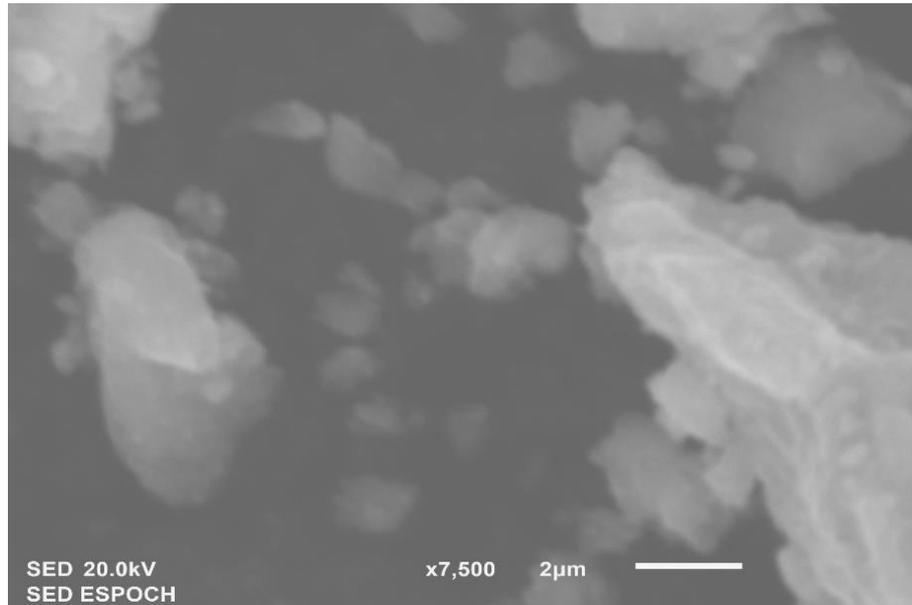


Ilustración 4-3: NP- Fe_2O_3 vistas a través del SEM

Realizado por: Morillo L., 2024

Para medir el tamaño de las partículas de las partículas de menor tamaño se usó el programa ImageJ, como podemos notar en la Fig. 30 el programa identifica y mide las partículas de menor tamaño.

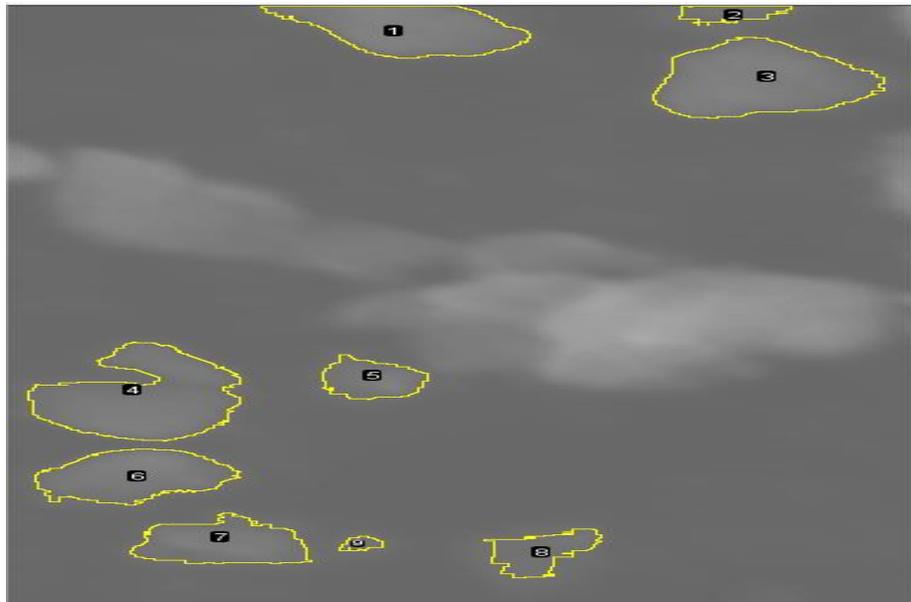


Ilustración 4-4: Medición de las NP- Fe_2O_3

Realizado por: Morillo L., 2024

Tabla 4-1: Tamaño de las NP-Fe₂O₃

# partícula	Tamaño en μm
1	0.819
2	0.153
3	0.751
4	1.326
5	0.523
6	0.796
7	0.662
8	0.440
9	0.070

Realizado por: Morillo L., 2024

En la Tabla 1 podemos ver los diferentes tamaños de partículas debido a que el equipo no tenía un mayor aumento vemos mayor cantidad de micropartículas, pero comprobamos la existencia de NP-Fe₂O₃ como es el caso de la partícula número 9 que mide 0.070 μm que equivale a 70 nm lo cual concuerda con el concepto de nanopartículas que nos dice que tienen un tamaño entre 1 y 100nm.

4.4. Análisis del proceso de remoción de As

4.4.1. Efecto del tiempo de contacto

Para estudiar la influencia del tiempo en la remoción de As en las soluciones acuosas se realizó una prueba preparando una solución a 1ppm (1000 $\mu\text{g/L}$) de agua desionizada con un estándar de Asa la cual se le añadió 0.1 g de nanopartículas de óxido de hierro y se dejó en agitación constante por un tiempo de 3 horas, durante la primera hora se tomó alícuotas cada 5 min y a partir de la primera se tomó alícuotas cada 30 min, podemos notar que durante la primera se remoción más del 90% lo cual resulta muy favorable ya que por encima del 70% se considera un buen resultado finalmente al cabo de las tres hora se removió un 99,2638%

Tabla 4-2: Relación entre el tiempo y la remoción de As

Tiempo	Concentración As ($\mu\text{g/L}$)	% Remoción As
0 min	1000	0
5 min	45,4075	95,45925
10 min	26,0945	97,39055
15 min	23,9825	97,60175
20 min	23,464	97,6536

25 min	19,606	98,0394
30 min	18,31	98,169
35 min	16,4755	98,35245
40 min	15,947	98,4053
45 min	15,89	98,411
50 min	15,438	98,4562
55 min	15,16	98,484
60 min	14,9705	98,50295
90 min	14,343	98,5657
120 min	12,456	98,7544

Realizado por: Morillo L., 2024

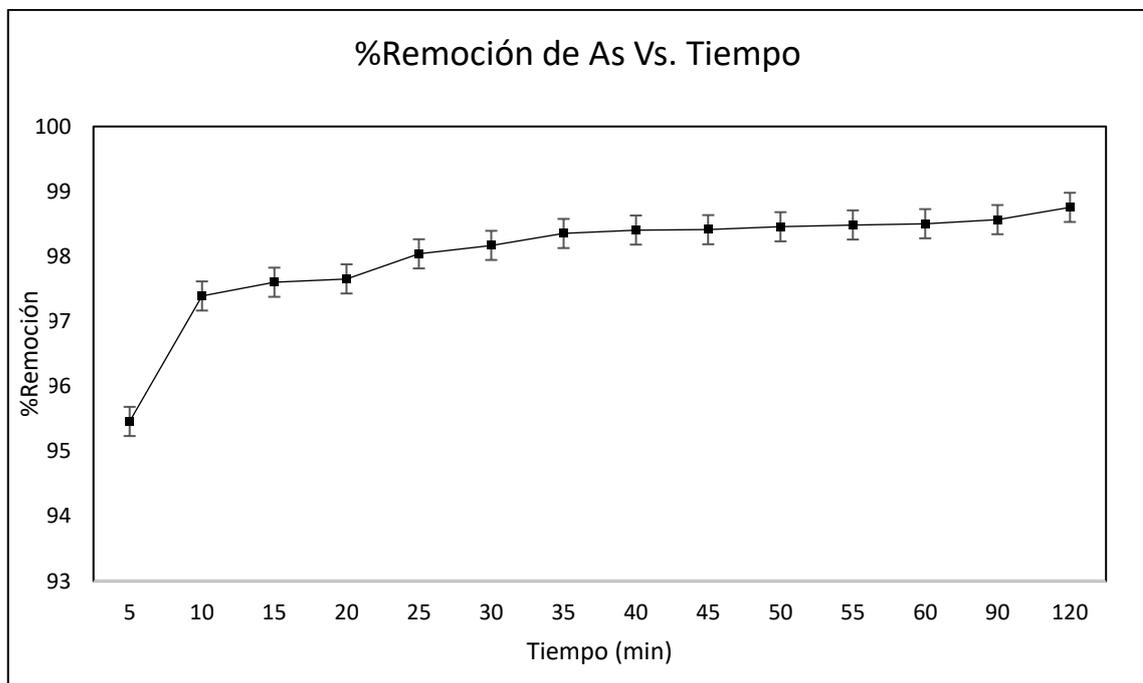


Ilustración 4-5: Grafica Tiempo Vs. %Remoción de As

Realizado por: Morillo L., 2024

En la Figura 31, se observa que, al inicio del experimento, el porcentaje de remoción de As es bajo, con un valor del 0%, esto indica que la solución de agua inicialmente contiene una cantidad significativa de As, pero después de solo 5 minutos de tratamiento con las NP-Fe₂O₃, el porcentaje de remoción de As aumenta drásticamente a 95.45925%, esto sugiere que las nanopartículas están siendo efectivas en la eliminación del As de la solución, a medida que pasa el tiempo, el porcentaje de remoción de As continúa aumentando, aunque a un ritmo más lento, la disminución es gradual pero constante, lo que indica que el proceso de eliminación del As está en curso, a los 90 minutos, el porcentaje de remoción de As es del 98.5657%, lo que indica que el proceso de eliminación aún está en marcha pero a un ritmo más lento, finalmente a los 120 minutos, el porcentaje de

remoción de As es del 98.7544%, lo que sugiere que se ha alcanzado un punto en el que la eliminación de As es menos eficiente o se ha estabilizado por lo que vamos a tomar como el tiempo optimo 1 hora.

4.4.2. Efecto de la masa

Para estudiar la influencia de la masa en la remoción de As en las soluciones acuosas se realizó una prueba preparando 5 soluciones a 1ppm (1000 µg/L) de agua desionizada con un estándar de As, a cada solución se le añadió una cantidad diferente de nanopartículas de hierro las cuales fueron 0.1g, 0.3g, 0.5g, 0.7g y 1g, posteriormente se dejó en agitación constante durante 3 horas.

Tabla 4-3: Relación de la cantidad de NP-Fe₂O₃ con la remoción de As

Cantidad de Nps	% Remoción As
0,1g	99,0342
0,3g	99,28325
0,5g	99,56875
0,7g	99,45135
1g	99,2835

Realizado por: Morillo L., 2024

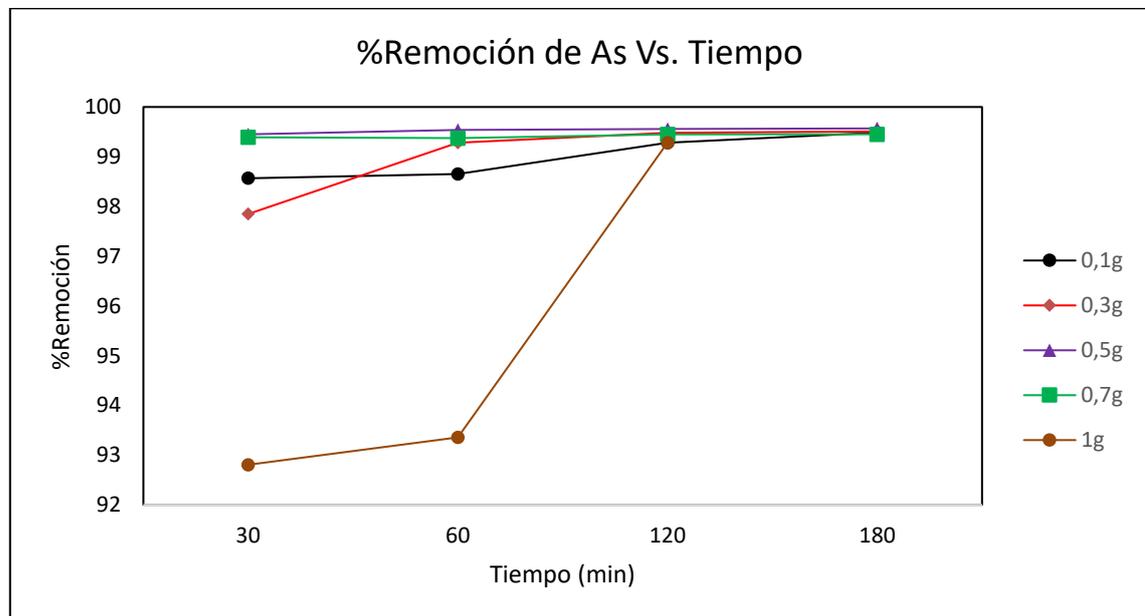


Ilustración 4-6: Comparativa de efectividad de remoción de As según la cantidad de NP-Fe₂O₃

Realizado por: Morillo L., 2024

En la Fig 32. podemos notar la influencia de la cantidad de NP-Fe₂O₃ en la concentración de As

en una solución de agua tratada, a medida que se aumenta la cantidad de NP-Fe₂O₃ de 0.1g a 0.3g y luego a 0.5g, la concentración de As disminuye considerablemente, con altos porcentajes de remoción del 99.0342%, 99.28325%, y 99.56875%, respectivamente haciendo énfasis en que con 0.5g de NP-Fe₂O₃ se consiguió el porcentaje más alto de remoción, sin embargo, en las concentraciones más altas de 0.7g y 1g de NP-Fe₂O₃, la concentración de As aumenta ligeramente, aunque aún se logra una alta remoción del 99.45135% y 99.2835%, esto sugiere la importancia de encontrar un equilibrio óptimo entre la cantidad de NP-Fe₂O₃ utilizados y la eficacia del tratamiento para eliminar eficazmente el As de la solución ya que un exceso de NP-Fe₂O₃ podría desencadenar reacciones que aumenten la concentración de As.

4.4.3. Efecto del pH

Para estudiar la influencia del pH en la remoción de As en las soluciones acuosas se realizó una prueba preparando 4 soluciones a 1ppm (1000 µg/L) de agua desionizada con un estándar de As, para obtener valores de pH de 1 y 5 se añadió ácido clorhídrico para disminuir el pH inicial de las soluciones mientras que para los valores de pH 9 y 11 se añadió una solución de hidróxido de sodio al 1 molar.

Tabla 4-4: Relación de la cantidad de NP-Fe₂O₃ con la remoción de As

pH de la solución	% Remoción As
1	98,8729
5	99,2835
7	98,4753
9	84,0615
11	78,3609

Realizado por: Morillo L., 2024

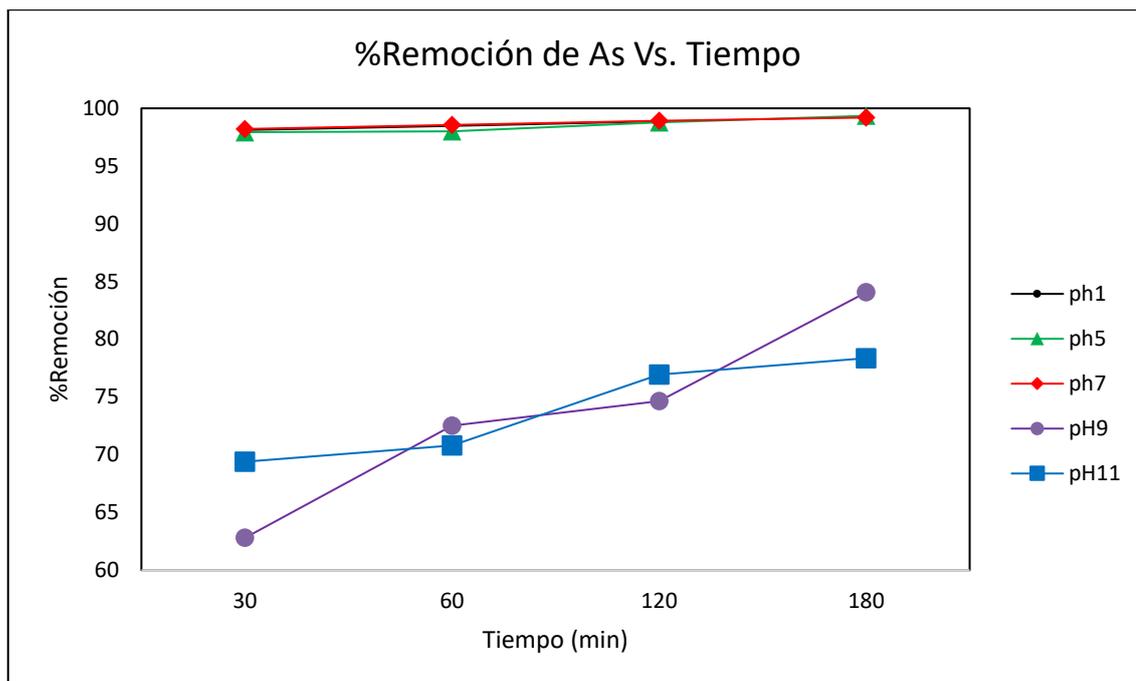


Ilustración 4-7: Comparativa de efectividad de remoción de As según pH de la solución

Realizado por: Morillo L., 2024

En la Fig 33. vemos que a pH 1, es decir altamente ácido debido a la adición de ácido clorhídrico (HCl), se logra una alta remoción de As (98.8729%) debido a la eficaz adsorción de especies de As cargadas negativamente en condiciones ácidas, a pH 5, el pH base, la remoción es aún más alta (99.2835%) ya que es óptimo para la adsorción de As en las nanopartículas de óxido de hierro, Sin embargo, al elevar el pH a 9 y 11 mediante la adición de hidróxido de sodio (NaOH), la eficacia de remoción disminuye ligeramente obteniendo una remoción máxima de (84,0615% y 78,3609%, respectivamente), posiblemente debido a la disminución de la carga de las nanopartículas en condiciones alcalinas y la formación de precipitados que reducen la disponibilidad de sitios de adsorción activos.

4.4.4. Efecto de la temperatura

Para establecer los parámetros experimentales en la retención de As con las NP- Fe_2O_3 , se evaluó el efecto de la temperatura en tres valores diferentes de temperatura controlada, que fueron 25, 30 y 50°C respectivamente, utilizando una dosis de nanopartículas de 0.5g y una concentración del As de 1ppm.

Tabla 4-5: Relación de la cantidad de NP-Fe₂O₃ con la remoción de As

Temperatura (°C)	% Remoción As
25	97,2326
30	95,6232
50	94,8922

Realizado por: Morillo L., 2024

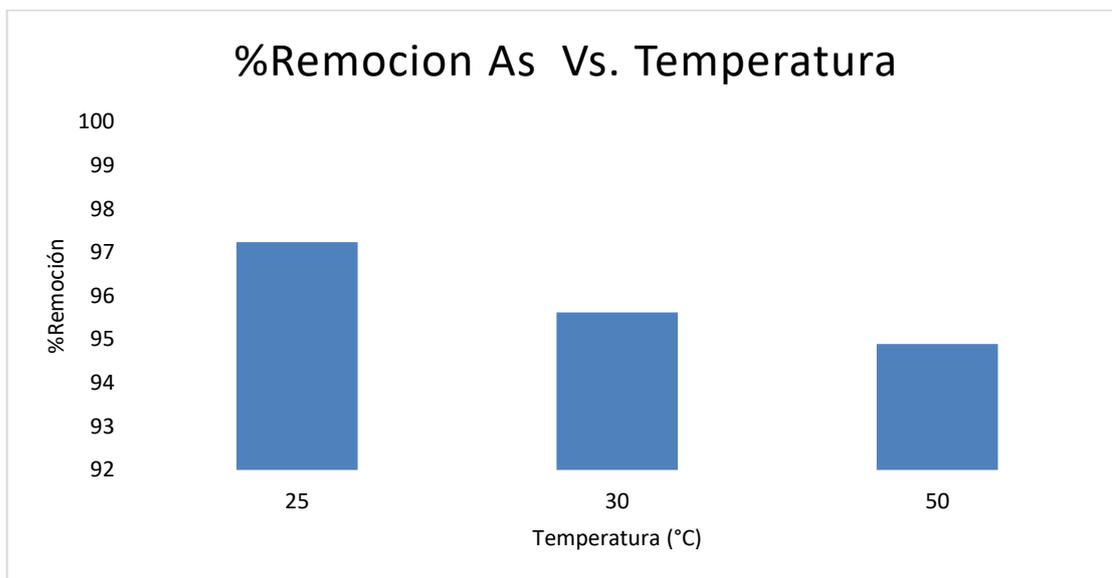


Ilustración 4-8: Comparativa efectividad de remoción de As según la temperatura de solución

Realizado por: Morillo L., 2024

Según los datos proporcionados en la Tabla 5, existe una relación inversa entre la temperatura y el porcentaje de remoción de As (% Remoción As), a medida que la temperatura aumenta, el porcentaje de remoción de As tiende a disminuir, a 25°C, se logra una alta remoción del 97.2326%, pero a 30°C, la eficacia de remoción disminuye a 95.6232%, y a 50°C, disminuye aún más a 94.8922%. Este comportamiento puede explicarse considerando la cinética de las reacciones de adsorción en la superficie de las nanopartículas de óxido de hierro, a temperaturas más altas, las partículas pueden tener una mayor movilidad y energía cinética, lo que podría conducir a una disminución en la afinidad de adsorción entre las partículas y los iones de As en la solución, además, a temperaturas más elevadas, es posible que se produzcan reacciones químicas adicionales o cambios en la estructura de las nanopartículas, lo que podría influir en la eficacia de la remoción.

4.4.5. Efecto de la cantidad inicial de As

Cuando la concentración inicial de As es de 1 ppm, se logra un alto porcentaje de remoción del 97.84805%, a medida que la concentración inicial se incrementa a 5 ppm,

el porcentaje de remoción todavía es alto, pero disminuye ligeramente al 94.9824%, sin embargo, cuando la concentración inicial se duplica a 10 ppm, el porcentaje de remoción aumenta nuevamente a 97.39875%, y a 20 ppm, se alcanza un alto porcentaje de remoción del 98.0918%.

Tabla 4-6: Relación de la cantidad de As con la remoción de As

ppm de As	% Remoción As
1	97,84805
5	94,9824
10	97,39875
20	98,0918

Realizado por: Morillo L., 2024

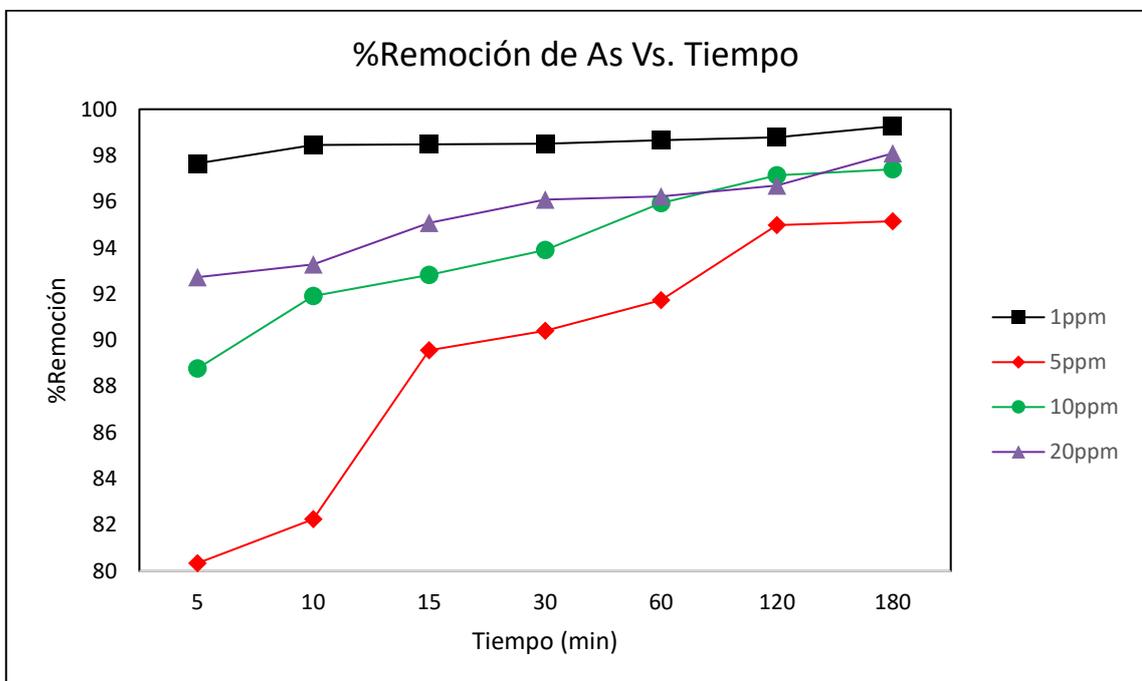


Ilustración 4-9: Comparativa de la efectividad de remoción de As según la cantidad de As

Realizado por: Morillo L., 2024

Estos resultados sugieren que, en este sistema particular con una cantidad constante de 0,1g gramos de nanopartículas de Fe_2O_3 , la eficacia de remoción de As es mayor a concentraciones iniciales más altas de As, esto puede deberse a que, a concentraciones iniciales más altas, hay más iones de As en la solución, lo que permite que más iones de As se adsorban en las NP- Fe_2O_3 , aumentando así la eficacia de la remoción.

CONCLUSIONES

En este estudio, se ha demostrado que las nanopartículas de hierro sintetizadas utilizando extracto de eucalipto son eficaces para la eliminación de As de soluciones acuosas, los resultados indican una alta eficacia de remoción de As, lo que sugiere el potencial de esta tecnología como un método prometedor para la purificación del agua contaminada con As.

Después de un análisis exhaustivo, se ha determinado que las condiciones óptimas para la síntesis de nanopartículas de hierro utilizando extracto de eucalipto incluyen una temperatura de reacción de entre 20 y 25 grados Celsius es decir a la temperatura ambiente, una concentración de extracto de eucalipto de 20 gramos por cada 100 ml de agua desionizada, y un pH de la solución de 10, estas condiciones han demostrado producir nanopartículas con un tamaño y una morfología ideales, lo que garantiza una síntesis eficiente y controlada con propiedades adecuadas para aplicaciones específicas

La caracterización de las nanopartículas de hierro sintetizadas utilizando extracto de eucalipto se ha llevado a cabo mediante una combinación de técnicas analíticas, incluyendo FT-IR y SEM, los análisis FT-IR revelaron valiosa información sobre las interacciones moleculares en la superficie de las nanopartículas y la identificación de grupos funcionales presentes, lo que confirma la estabilidad y la funcionalidad de las nanopartículas, además, las imágenes obtenidas a través de SEM permitieron una visualización detallada de la morfología y la distribución de tamaño de las nanopartículas, destacando su uniformidad y su estructura adecuada para su aplicación en procesos de eliminación de contaminantes.

El estudio de viabilidad de las nanopartículas de hierro sintetizadas mediante extracto de eucalipto para la adsorción y eliminación de As de soluciones acuosas ha arrojado resultados prometedores en general, las pruebas realizadas consideraron cuidadosamente variables cruciales como el tiempo de contacto, la cantidad de nanopartículas, el pH, la temperatura y la concentración inicial de As. Los resultados obtenidos en todas las condiciones evaluadas superaron consistentemente el umbral del 90% de remoción de As, lo que indica una alta eficacia de remoción en una variedad de condiciones ambientales, sin embargo, se observó una disminución en la eficacia de remoción solo en dos situaciones específicas, cuando la solución alcanzó un pH de 9 y un pH de 11, estos hallazgos sugieren que el rango óptimo de pH para la efectiva adsorción de As por parte de las nanopartículas de hierro sintetizadas podría estar en condiciones ácidas o neutras.

RECOMENDACIONES

Dado que se observó una disminución en la eficacia de remoción a pH 9 y pH 11, se recomienda una investigación más detallada para comprender mejor las interacciones químicas en estas condiciones, esto podría incluir la modificación de la superficie de las nanopartículas para hacerlas más efectivas en soluciones alcalinas o la exploración de sistemas de ajuste de pH in situ para mantener condiciones óptimas durante el proceso de eliminación de As.

La investigación podría beneficiarse de pruebas a mayor escala para evaluar la eficacia de las nanopartículas en sistemas más grandes y representativos de aplicaciones prácticas, esto permitiría determinar la viabilidad de implementar este método en condiciones del mundo real.

Es fundamental evaluar el impacto ambiental de las nanopartículas de hierro sintetizadas y su uso en sistemas de tratamiento de agua, esto incluye considerar la eliminación segura de los residuos generados durante el proceso.

BIBLIOGRAFÍA

ALARCÓN, M. Remoción de Arsénico en Agua de Consumo Humano en Latinoamérica. *Centro de Investigación en Materiales avanzados*. 2012.

ALI, A et al. Review on Recent Progress in Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Characterization, and Diverse Applications. En *Frontiers in Chemistry*. 2021.

ALQAHEEM, Y. y ALOMAIR, A. Microscopy and spectroscopy techniques for characterization of polymeric membranes. *Membranes*. 2020.

ALTAMMAR, K. A review on nanoparticles: characteristics, synthesis, applications, and challenges. En *Frontiers in Microbiology* 2023.

AROSIO, P. Applications and properties of magnetic nanoparticles. En *Nanomaterials*. Vol. 11. 2021.

ASWATHI, V et al. Green synthesis of nanoparticles from biodegradable waste extracts and their applications: a critical review. En *Nanotechnology for Environmental Engineering* (Vol. 8). 2023.

BALANDRÁN, R. y MENDOZA, A. Un acercamiento a los fundamentos y aplicaciones de la nanotecnología. *Tecnociencia Chihuahua*. 2021.

BAYDA, S et al. The history of nanoscience and nanotechnology: From chemical-physical applications to nanomedicine. En *Molecules*. 2020.

BUNDSCHUH, J et al. Distribución del arsénico en las regiones Ibérica e Iberoamericana. *IBEROARSEN*. 2021.

CAMARILLO, E et al. . Mitos y Realidades de la Nanotecnología en México. *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencias y Nanotecnología*. 2020.

CARABANTES, A. y FERNICOLA, N. As en el agua de bebida: un problema de salud pública. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*. 2003.

COSTA, R et al. Geochemical mapping of arsenic in surface waters and stream sediments of the Quadrilátero Ferrífero, Brazil. *Rem: Revista Escola de Minas*, 2015.

DLAMINI, N et al. Synthesis and Characterization of Various Bimetallic Nanoparticles and Their Application. *Applied Nano*. 2023.

GEE, G. y BAUDER, J. Particle-size analysis. En *Methods of Soil Analysis, Part 1: Physical and Mineralogical Methods*. 2018.

GEHLE, K et al. La toxicidad del arsénico. *Agencia para Sustancias Tóxicas y el Registro de Enfermedades*. 2013.

GIL, M et al. Nanoparticles are efficient at removing mercury from polluted waters. *Journal of Cleaner Production*. 2021.

GOUR, A. y JAIN, N. Advances in green synthesis of nanoparticles. En *Artificial Cells, Nanomedicine and Biotechnology*. 2019.

GUADARRAMA, R et al. Contaminación del agua. *Revista de Ciencias Ambientales y Recursos Naturales*. 2019.

GUIMARÃES, A. Magnetism of small particles. En *NanoScience and Technology*. 2017.

HEERA, P. y SHANMUGAM, S. Review Article Nanoparticle Characterization and Application: An Overview. En *Int.J.Curr.Microbiol.App.Sci*. 2015.

HUANG, H et al. A Review of Magnetic Nanoparticle-Based Surface-Enhanced Raman Scattering Substrates for Bioanalysis: Morphology, Function and Detection Application. En *Biosensors*. 2023.

LITTER, M et al. Arsenic in Latin America: Part II. En *Arsenic in Drinking Water and Food*. 2020.

MA, Z et al. Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Anisotropy, and Applications. En *Chemical Reviews*. 2023.

MALIK, S et al. Nanotechnology: A Revolution in Modern Industry. En *Molecules*. 2023.

MANZO VALENCIA, S. Remoción de As de disoluciones acuosas mediante un compuesto de quitosano modificado con nanopartículas de hierro [en línea]. 2022. Disponible en:

http://bibliotecavirtual.dgb.umich.mx:8083/xmlui/handle/DGB_UMICH/4648

MARTÍNEZ, M. Desarrollo de materiales híbridos para la eliminación de iones de hierro [en línea]. 2017. Disponible en: https://ruc.udc.es/dspace/bitstream/handle/2183/18400/MartinezCabanias_Maria_TD_2017.pdf?sequence=2

MARTÍNEZ, R et al. Toxicología ambiental. Universidad Autónoma de Aguascalientes. [en línea]. 2009. Disponible en: <https://elibro.net/es/ereader/epoch/40705?page=270>

MEDINA M et al. Nanopartículas y el medio ambiente. Universidad, Ciencia y Tecnología, [en línea]. 2020. Disponible en: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1316-48212015000100005&lng=es&tlng=es.

MOURDIKOU DIS, S et al. Characterization techniques for nanoparticles: Comparison and complementarity upon studying nanoparticle properties. En *Nanoscale* [en línea]. 2018. Disponible en: <https://doi.org/10.1039/c8nr02278j>

MUNITZ, M et al. Cinética e isothermas de adsorción de penconazole, cyproconazole y epoxiconazole con quitosano. Bistua revista de la facultad de ciencias basicas, [en línea]. 2017. Disponible en: <https://doi.org/10.24054/01204211.v2.n2.2021.1100>

NAGAO, D. Nanotecnología, lo desconocido y la ley. *Prolegómenos*. [en línea]. 2023. Disponible en: <https://doi.org/10.18359/prole.4239>

OBAIDAT, I et al. Magnetic properties of magnetic nanoparticles for efficient hyperthermia. En *Nanomaterials*. [en línea]. 2014. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/nano5010063>

PABÓN, S et al. Synthesis of iron oxide nanoparticles using aqueous extract of eucalyptus grandis. *DYNA* [en línea]. 2021. Disponible en: <https://doi.org/10.15446/dyna.v88n222.89031>

PABÓN, S et al. Mercury (II) removal from aqueous solutions by iron nanoparticles synthesized from extract of Eucalyptus grandis. *Heliyon*. [en línea]. 2022. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e11429>

PATIL, N et al. Overview on methods of synthesis of nanoparticles. *International Journal of Current Pharmaceutical Research*. [en línea]. 2021. Disponible en: <https://doi.org/10.22159/ijcpr.2021v13i2.41556>

PICOLLO, M et al. UV-Vis spectroscopy. *Physical Sciences Reviews*. [en línea]. 2019. Disponible en: <https://doi.org/10.1515/psr-2018-0008>

QUINTILI, M. Nanociencia y Nanotecnología... un mundo pequeño. *Cuadernos del Centro de Estudios de Diseño y Comunicación*. [en línea]. 2019. Disponible en: <https://doi.org/10.18682/cdc.v42i42.1430>

RODRÍGUEZ, J. Contaminación del agua. Contaminación ambiental en Colombia (págs. 255-300). Bogotá: Fundación en causa por el desarrollo humano. 2010.

SALATA, O. Applications of nanoparticles in biology and medicine. En *Journal of Nanobiotechnology*. [en línea]. 2019. Disponible en: <https://doi.org/10.1186/1477-3155-2-3>

SAN MARTÍN, D et al. Remoción de arsénico (III) en sistemas acuosos por adsorción utilizando sólidos naturales de Ecuador. *Avances Investigación en Ingeniería*. [en línea]. 2021. Disponible en: <https://doi.org/10.18041/1794-4953/avances.1.6186>

SILVA, L. As, el elemento inclasificable. *Educación Química*, [en línea]. 2013. Disponible en: [https://doi.org/10.1016/S0187-893X\(13\)72519-9](https://doi.org/10.1016/S0187-893X(13)72519-9).

SINGH, J et al. Green synthesis of metals and their oxide nanoparticles: Applications for environmental remediation. En *Journal of Nanobiotechnology* [en línea]. 2018. Disponible en: <https://doi.org/10.1186/s12951-018-0408-4>

STARBIRD, R. y MONTERO, L. Síntesis de nanopartículas magnéticas de óxido de hierro para la remoción de arsénico del agua de consumo humano. *Revista Tecnología en Marcha*, [en línea]. 2020. Disponible en: <https://doi.org/10.18845/tm.v28i3.2410>

TITUS, D et al. Nanoparticle characterization techniques. *Green Synthesis, Characterization and Applications of Nanoparticles*. [en línea]. 2018. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102579-6.00012-5>

URQUILLA, A. Impacto de la nanotecnología como revolución industrial a nivel mundial. *Realidad y Reflexión*. [en línea]. 2019. Disponible en: <https://doi.org/10.5377/ryr.v49i49.8063>

XU, C. y SUN, S. Superparamagnetic nanoparticles as targeted probes for diagnostic and therapeutic applications. En *Dalton Transactions* [en línea]. 2009. Disponible en: <https://doi.org/10.1039/b900272n>

ZANELLA, R. Metodologías para la síntesis de nanopartículas: controlando forma y tamaño. *Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología*, [en línea]. 2021. Disponible en: http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S244856912012000100069&lng=es&tlng=es.

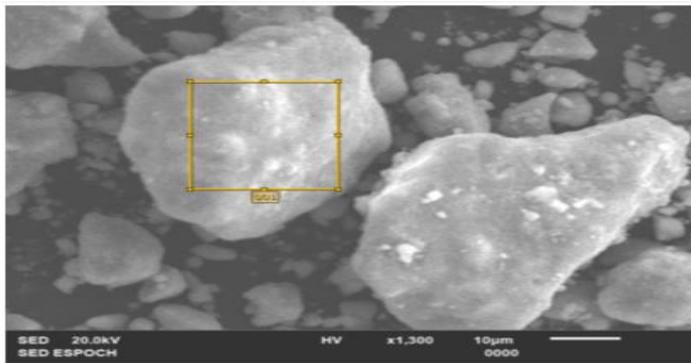


ANEXOS

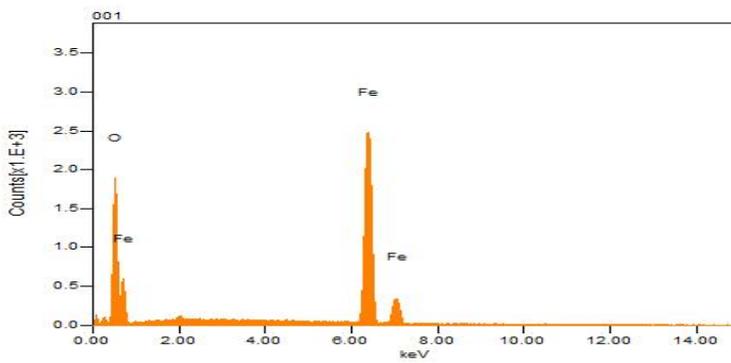
ANEXO A: ESTÁNDAR DE AS UTILIZADO



ANEXO B: EDS NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE HIERRO



Volt : 20.00 kV
 Mag. : x 1,300
 Date : 2023/05/05
 Pixel : 640 x 480



Acquisition Condition
 Instrument : IT100LA
 Volt : 20.00 kV
 Current : ---
 Process Time : T4
 Live time : 103.63 sec.
 Real Time : 106.27 sec.
 DeadTime : 4.00 %
 Count Rate : 1177.00 CPS

Formula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
O	4.02	42.16	0.03	10524	0.0687500	K
Fe	19.27	57.84	0.05	39379	0.1857886	K
Total	23.29	100.00				

ANEXO C: RESULTADOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

Result. Disolución - As				
ID Muestra	Señal Abs	Rsd %	Conc. µg/L	Conc. Corregida µg/L
As Blanco	-0.0023		0.0000	
As Estándar 1	0.0410		2.0000	
As Estándar 2	0.1689		10.0000	
As Estándar 3	0.3246		20.0000	
As Estándar 4	0.4486		40.0000	
As 0.3g-30min	0.0197		0.9836	0.9836
As 0.3g-1H	0.0734		4.3039	4.3039
As 0.3g-2H	0.0207		1.0417	1.0417
As 0.3g-3H	0.0270		1.4335	1.4335
As 0.5G-30MIN	0.0216		1.0989	1.0989
As 0.5G-1H	0.0188		0.9290	0.9290
As 0.5G-2H	0.0181		0.8805	0.8805
As 0.5G-3H	0.0178		0.8625	0.8625
As 0.7G-30MIN	0.0235		1.2189	1.2189
As 0.7G-1H	0.0241		1.2519	1.2519
As 0.7G-2H	0.0216		1.1027	1.1027
As 0.7G-3H	0.0216		1.0973	1.0973
As 1G-30MIN	0.2363		14.3906	14.3906
As 1G-1H	0.0250		1.3097	1.3097
As 1G-2H	0.2186		13.2940	13.2940
As 1G-3H	0.0270		1.4330	1.4330
As PH1-30MIN	0.0306		1.6570	1.6570
As PH1-1H	0.0644		3.7488	3.7488
As PH1-2H	0.0533		3.0609	3.0609
As PH1-3H	0.0402		2.2542	2.2542
As PH9-30MIN	0.3931		24.0951-C	24.0951-C
As PH9-1H	0.5386		33.1009-C	33.1009-C
As PH9-2H	0.2384		14.5225-	14.5225-
As PH9-3H	0.3808		23.3325-C	23.3325-C
As PH11-30MIN	0.4762		29.2406-C	29.2406-C
As PH11-1H	0.4875		29.9377-C	29.9377-C
As PH11-2H	0.3559		21.7929-C	21.7929-C
As PH11-3H	0.0704		4.1218-	4.1218-
As AS-5MIN	0.0276		1.4724	1.4724
As AS-10MIN	0.0522		2.9941	2.9941
As AS-15MIN	0.0537		3.0876	3.0876
As AS-20MIN	0.0813		4.7965	4.7965
As AS-25MIN	0.0552		3.1780	3.1780
As AS-30MIN	0.0502		2.8686	2.8686
As AS-35MIN	0.0630		3.6620	3.6620
As AS-40MIN	0.0672		3.9212	3.9212
As AS-45MIN	0.0571		3.2951	3.2951
As AS-50MIN	0.0441		2.4912	2.4912
As AS-55MIN	0.1505		9.0815	9.0815
As AS-1H	0.0796		4.6928	4.6928
As AS-1H30	0.0881		5.2189	5.2189
As AS-2H	0.0432		2.4389	2.4389
As AS-2H30	0.0554		3.1894	3.1894
As AS-3H	0.0528		3.0320	3.0320
As 5PPM-5MIN	0.3214		19.6590	19.6590
As 5PPM-10MIN	0.0430		2.4258	4.8516
As 5PPM-15MIN	0.0881		5.2173	10.4346
As 5PPM-30MIN	0.0444		2.5088	5.0176
As 5PPM-1H	0.0813		4.7950	9.5900
As 5PPM-2H	0.0707		4.1367	8.2733
As 5PPM-3H	0.1472		8.8720	17.7440
As 10PPM-5MIN	0.1852		11.2299	22.4598
As 10PPM-10MIN	0.0907		5.3769-	5.3769-
As 10PPM-15MIN	0.1345		8.0902	16.1804
As 10PPM-30MIN	0.1024		6.0986	12.1972
As 10PPM-40MIN	0.0501		2.8631-	2.8631-

As 10PPM-2H	0.1198	7.1765	14.3530
As 10PPM-3H	0.0459	2.6013	5.2025
As 20PPM-5MIN	0.2388	14.5467	29.0935
As 20PPM-10MIN	0.2208	13.4285	26.8570
As 20PPM-15MIN	0.1630	9.8535	19.7070
As 20PPM-30MIN	0.0655	3.8164	7.6328
As 20PPM-1H	0.1104	6.5964	13.1927
As 20PPM-2H	0.1301	7.8158	15.6316
As 20PPM-3H	0.1259	7.5570	15.1141
As PH11-30MIN	0.2398	14.6060	29.2120
As PH11-1H	0.2510	15.3029	30.6057
As PH11-2H	0.1901	11.5308	23.0616
As PH11-3H	0.0404	2.2638	4.5275
As PH9-30MIN	0.2259	13.7485	27.4970
As PH11-3H	0.1786	10.8195	21.6391
As PH9-1H	0.3043	18.5993	37.1986
As PH9-2H	0.1326	7.9679	15.9359
As PH9-3H	0.2086	12.6742	25.3484



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

Fecha de entrega: 14/ 03 / 2024

INFORMACIÓN DEL AUTOR
Nombres – Apellidos: Lenin Ariel Morillo Chinlle
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: Ciencias
Carrera: Física
Título a optar: Físico
 Ing. Hugo Javier Sánchez Moreno MSc. Director del Trabajo de Integración Curricular  Biof. Diana Carolina Coello Fiallos PhD. Asesora del Trabajo de Integración Curricular