



**UNIVERSIDAD NACIONAL
“PEDRO RUIZ GALLO”
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
E INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**



ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA

“Capacidad de adsorción de un material compuesto a base de bentonita y óxido de grafeno para remover arsénico en agua contaminada”

TESIS

**Para optar el Título Profesional de
Ingeniero(a) Químico(a)**

PRESENTADO POR:

Bach. Rojas Gonzaga, Diego Jesús

Bach. Sanchez Balarezo, Kateryn Lesly

ASESORA:

M.Sc. Ing. Benel Fernández, Doyle Isabel

**LAMBAYEQUE-PERÚ
2020**

“Capacidad de adsorción de un material compuesto a base de bentonita y óxido de grafeno para remover arsénico en agua contaminada”

TESIS

Para optar el Título Profesional de Ingeniero(a) Químico(a)

PRESENTADO POR:

Bach. Rojas Gonzaga, Diego Jesús

Bach. Sanchez Balarezo, Kateryn Lesly

APROBADO ANTE EL SIGUIENTE JURADO:

M.Sc. Ronald Alfonso Gutiérrez Moreno
Presidente

M.Sc. James Jenner Guerrero Braco
Secretario

M.Sc. Rodolfo Pastor Tineo Huancas
Vocal

M.Sc. Doyle Isabel Benel Fernández
Asesora

DEDICATORIA

Este arduo trabajo se pudo realizar gracias a Dios que ante cada situación compleja Él me ayudó a salir victoriosa, a mi madre Betty Balarezo Gómez, quien me brindó su apoyo incondicional, a quien le agradeceré toda mi vida por haberme regalado la mejor herencia que pudo darme, mi carrera profesional; a mi Padre, que desde el cielo siempre me guió, y protegió para seguir firme en mis objetivos. Y por último, y no menos importante, a mi familia quienes siempre confiaron en mí para poder lograr mi meta profesional.

Kateryn Lesly Sanchez Balarezo

A mi familia RG, por todo el apoyo y consejos brindados.

A Dios, por siempre estar conmigo.

Diego Jesús Rojas Gonzaga

AGRADECIMIENTO

Agradecemos a Dios por siempre darnos las fuerzas necesarias para nunca decaer, a nuestras familias, por el apoyo incondicional brindado, animándonos a perseverar en nuestros proyectos, con esfuerzo y dedicación.

Al Dr. José González Cabeza por habernos permitido el acceso a los laboratorios de Labinm de la Universidad Privada Antenor Orrego y al Dr. Heraldo de la Cruz Baca por su disponibilidad y apoyo en brindarnos asesoramiento del uso de los equipos de laboratorio.

A nuestra asesora M.Sc. Ing. Doyle Isabel Benel Fernández por sus consejos y tiempo en brindarnos asesoramiento para poder culminar con éxito la tesis.

ÍNDICE

RESUMEN.....	1
ABSTRACT.....	2
1. INTRODUCCIÓN	3
2. ANTECEDENTES Y BASES TEÓRICAS.....	6
2.1. Antecedentes de la Investigación	6
2.2. Base Teórica.....	10
2.2.1. Arcillas.....	10
2.2.2. Carbono.	16
2.2.3. Grafeno.	18
2.2.4. Óxido de grafeno.	20
2.2.5. Caracterización.	26
2.2.6. Agua.....	29
2.2.7. Arsénico.....	31
2.2.8. Métodos de tratamiento de agua.	34
2.2.9. Adsorción.....	38
3. MÉTODOS Y MATERIALES	40
3.1. Descripción del ámbito de estudio	40
3.1.1. Tipo de estudio.	40
3.1.2. Población y muestra.....	40
3.2. Materiales, Equipos y Reactivos	41
3.2.1. Materiales.	41
3.2.2. Equipos.	42
3.2.3. Reactivos y materiales.	43
3.2.4. Instrumentos de recolección de datos.	43
3.3. Técnicas.....	44

3.4. Variables de Estudio	44
3.4.1. Variable independiente.....	44
3.4.2. Variable dependiente.....	44
3.4.3. Operacionalización de variables.....	44
3.5. Diseño Experimental.....	45
3.6. Procedimiento	46
3.6.1. Materia prima.....	47
3.6.2. Elaboración del material compuesto Bentonita-GO.....	47
3.6.3. Caracterización del material compuesto Bentonita-GO.....	48
3.6.4. Preparación de solución de Arsénico.....	50
3.6.5. Pruebas de Adsorción.....	51
3.6.6. Determinación de Arsénico en muestras finales.....	52
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	53
4.1. Resultados	53
4.1.1. Caracterización de materiales.....	53
4.1.2. Determinación de Arsénico presente en muestras finales.....	57
4.2. Discusión de Resultados	65
5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	66
5.1. Conclusiones	66
5.2. Recomendaciones.....	68
6. REFERENCIAS.....	69
7. ANEXOS.....	82
7.1. Resultados de las pruebas de adsorción	82
7.2. Elaboración del Material Compuesto Bentonita-GO	84
7.3. Preparación de Solución de Arsénico	85

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Estructura de una lámina de grafeno. Recuperado de “Grafeno: Síntesis, Propiedades y Aplicaciones Biomédicas” (Rodríguez A. , 2016).....	18
Figura 2. Grafeno: Materia prima para otros alótropos de carbono. Recuperado de Imagen Nature Materials (2007), 6, 183.....	19
Figura 3. Principales modelos propuestos de la estructura del Óxido de Grafeno.	21
Figura 4. Espectro Electromagnético Total	27
Figura 5. Diagrama que muestra el principio de operación del equipo de Espectroscopía Infrarroja.	28
Figura 6. Espectro FTIR de la Bentonita.	53
Figura 7. Espectro FTIR del Óxido de Grafeno.....	54
Figura 8. Espectro FTIR de material compuesto Bentonita-GO al 02% p/p con respecto a GO..	54
Figura 9. Espectro FTIR de material compuesto Bentonita-GO al 04% p/p con respecto a GO..	55
Figura 10. Espectro FTIR de material compuesto Bentonita-GO al 06% p/p con respecto a GO.	56
Figura 11. % Adsorción de Arsénico vs Concentración inicial de Arsénico - Material compuesto Bentonita-GO al 2% p/p de GO.....	58
Figura 12. % Adsorción de Arsénico vs Concentración inicial de Arsénico - Material compuesto Bentonita-GO al 4% p/p de GO.....	59
Figura 13. % Adsorción de Arsénico vs Concentración inicial de Arsénico - Material compuesto Bentonita-GO al 6% p/p de GO.....	60
Figura 14. % Adsorción de Arsénico vs Concentración inicial de Arsénico - Material compuesto Bentonita-GO al 2%, 4% y 6% p/p de GO.	60
Figura 15. Análisis por rangos múltiples para determinar diferencias significativas entre las diferentes concentraciones iniciales de Arsénico.	64

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Alótropos del carbono según hibridación	17
Tabla 2. Operacionalización de Variables	44
Tabla 3. Diseño Experimental.....	45
Tabla 4. Resultados de Pruebas de Adsorción	57
Tabla 5. Análisis de Varianza	62
Tabla 6. Análisis de Rangos Múltiples	63

ÍNDICE DE ESQUEMAS

Esquema 1. Procedimiento de elaboración de material compuesto y posterior prueba de adsorción para determinación de Arsénico final.....	46
Esquema 2. Elaboración del material compuesto Bentonita-GO.....	48
Esquema 3. Proceso de caracterización de muestras.	49
Esquema 4. Proceso preparación de la solución stock de Arsénico.	50
Esquema 5. Proceso de las pruebas de adsorción.	51

RESUMEN

El agua juega un rol importante para el sostenimiento de la vida en el planeta, tal es así que, actualmente su disponibilidad se considera como uno de los Objetivos de Desarrollo Sostenible de la Agenda 2030 establecida por las Naciones Unidas. Sin embargo, este objetivo enfrenta un gran desafío toda vez que el consumo de agua crece continuamente a nivel mundial. En ese sentido, se opta por recurrir a la mayor cantidad de fuentes de agua, incluyendo el agua subterránea, la cual, según su origen, se caracteriza por contener, entre otras sustancias químicas, metales pesados. Los metales pesados representan un peligro para la salud, debido a su bioacumulación y toxicidad, tal es el caso del Arsénico. La adsorción representa una buena alternativa para remover metales pesados en el agua, toda vez que es eficaz, económica y de fácil operación. Debido a su alta área superficial y gran porosidad, en el presente trabajo de investigación se decidió utilizar Bentonita como material adsorbente, adicionalmente se propuso adherir Óxido de Grafeno (GO) con el objetivo de evaluar la capacidad de adsorción del material compuesto a base de bentonita y óxido de grafeno para remover arsénico en agua contaminada. Para verificar el efecto que resulta de la composición del material compuesto Bentonita-GO, se formaron 03 tipos de éste variando la concentración de Óxido de Grafeno (GO) al 2%, 4% y 6% (%p/p), posteriormente, los materiales se caracterizaron con Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) con el objetivo de identificar los grupos funcionales presentes. Se evaluó la capacidad de adsorción en muestras de agua con Arsénico con concentraciones iniciales de 0.04, 0.1 y 0.16 ppm, concluyendo que, la capacidad de adsorción del material compuesto a base de Bentonita y GO para remover Arsénico en agua contaminada es significativa, toda vez que se remueve el Arsénico en un porcentaje mayor al 95% para las tres composiciones con las que se experimentó.

Palabras claves: Óxido de Grafeno. Bentonita. Adsorción. Arsénico.

ABSTRACT

Water plays a very important role for life sustainability on the planet. Currently, water availability is considered as one of The Sustainable Development Goals for the 2030 UN Agenda. However, this goal faces a big challenge since water consumption continually increases worldwide. According to this, we need to get access to major part of water sources, including subterranean water, which, according to its origin, may contain, among other chemical substances, heavy metals. Heavy metals represent a major hazard because of its bioaccumulation and toxicity, this is the case of Arsenic. Adsorption represents a good alternative to remove heavy metals in water, since it's effective, not expensive and implies a simple operation process. In this research we chose Bentonite as our adsorbent because it has a high surface area and porosity. Additionally, we adhered Graphene Oxide (GO). with the objective of evaluating the adsorption capacity of the bentonite-based composite material and Graphene oxide for arsenic remover in contaminated water

With the intention of testing the effect of the composition in our composite material, we formed three types of this composite with a concentration of 2%, 4% and 6% of GO (%w/w). These materials were characterized by using Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) so we can identify the functional groups in our material. The capacity to remove Arsenic was tested on samples with initial concentration of 0.04, 0.1 y 0.16 ppm, with the obtained results we conclude that the composite material made with Bentonite and Graphene Oxide has a high capacity of adsorption of heavy metals in water, since it removes Arsenic in a range of 95%-to up for the three types of composition in the experiment.

Keywords: Graphene Oxide. Bentonite. Adsorption. Arsenic.

1. INTRODUCCIÓN

Desde el espacio, la mayoría de las imágenes de nuestro planeta muestran que la Tierra es un planeta azul, en efecto, el 70% de su superficie está cubierta por agua y sólo el 30% es tierra firme. Sin embargo, la importancia de este elemento, el agua, radica principalmente en el papel que juega para el sostenimiento y reproducción de la vida en el planeta. Casi las tres cuartas partes de nuestro cuerpo está constituido por agua, la encontramos en la sangre, saliva, células, órganos, tejidos, entre otros. El agua participa en todos los procesos corporales, si dejáramos de tomarla moriríamos en pocos días. Tal es la importancia del agua, que, el 28 de julio del 2010, a través de la Resolución 64/292, la Asamblea General de las Naciones Unidas reconoció explícitamente que el derecho al agua potable y el saneamiento es un derecho humano esencial para el pleno disfrute de la vida y de todos los derechos humanos. Los derechos humanos al agua y al saneamiento no son temporales, ni están sujetos a la aprobación del Estado y no pueden retirarse.

Este objetivo se ve amenazado por el crecimiento acelerado de la población en el planeta. De acuerdo con el Informe Mundial sobre el Desarrollo de los Recursos Hídricos (Naciones Unidas, 2019), el consumo del agua ha venido aumentado un 1% anual en todo el mundo desde los años 80 del siglo pasado, esto a consecuencia del crecimiento poblacional, el cual se presenta a una tasa de 1.11% anual, calculándose que en el año 2050 habrá una población aproximada de 9 700 millones. (Naciones Unidas, 2019). En Perú, a finales del año 2017, se estimó que la población a nivel nacional es de 31 millones 237 mil 385 personas, la cual va creciendo a una tasa anual de 1% (Instituto Nacional de Estadística e Informática, 2018).

Con el objetivo de satisfacer el creciente requerimiento de agua por parte de la población y combatir la actual escasez de agua en algunos países, se considera una serie de medidas cuya aplicación dependerá del contexto geográfico-social; tal es el caso de las Plantas de Tratamiento de Agua Potable (PTAP) cuyo ámbito de abastecimiento generalmente son zonas urbanas, en las que se ha planteado utilizar la mayor cantidad de fuentes de agua disponibles, comprendiendo las fuentes de agua de origen superficial, así como también, las fuentes de agua de origen subterráneo. Por otra parte, en las zonas rurales, el consumo de agua se da, en su gran mayoría, a través de sistemas subterráneos como pozos excavados o perforados, es decir, se consume principalmente agua subterránea.

En ese orden ideas, se hace notar el rol importante que juega el agua subterránea como fuente de abastecimiento tanto en zonas rurales (principalmente) y en zonas urbanas. Sin embargo, el agua subterránea se caracteriza por contener sustancias químicas como metales pesados, sales, nitratos, plaguicidas; o microorganismos como bacterias, virus, hongos y parásitos. La concentración en la que se encuentren las sustancias químicas mencionadas dependerá de la región, formación geológica y contaminación medioambiental.

La presencia de metales pesados representa uno de los principales problemas en la contaminación del agua, debido a su característica de bioacumulación en la cadena alimenticia y el organismo, y su gran toxicidad, ocasionando un proceso degenerativo del cerebro, pulmones, riñones, hígado, sangre, entre otros (United States Environmental Protection Agency, 2015). El consumo repetido y prolongado de metales pesados está asociado incluso a enfermedades como cáncer, Alzheimer, fibromialgias, etcétera (International Agency for Research on Cancer, 1990).

Entre los mecanismos utilizados para la eliminación de metales pesados en el agua, se encuentran la precipitación química, adsorción, intercambio iónico, ósmosis inversa, entre otros.

Si bien estos métodos son buenos, presentan ciertas desventajas como la producción de lodos para el caso de la precipitación, alto uso de energía en la ósmosis inversa, bajo rendimiento para el intercambio iónico. En ese sentido, la adsorción representa una buena alternativa debido a su gran eficiencia, bajo costo, fácil operación y regeneración de adsorbente (Poma, 2017).

La adsorción se apoya de manera directamente proporcional en dos propiedades del adsorbente: porosidad y área superficial. Un ejemplo de material poroso es la bentonita, la cual se caracteriza por su abundancia en varios ecosistemas del planeta, bajo costo y simple procesamiento. Con el fin de optimizar la capacidad de adsorción, se plantea desarrollar un material compuesto mediante la funcionalización de la superficie de la bentonita a base un material nanotecnológico derivado del grafeno, el óxido de grafeno y determinar en qué medida el material compuesto así formado, Bentonita-GO, tendrá la capacidad de adsorber y remover Arsénico en agua contaminada. Se debe precisar también que el óxido de grafeno se caracteriza por ser bidimensional y contar con grupos oxigenados como epóxidos, alcoholes, lactoles, cetonas y grupos carboxílicos, estos grupos serán de apoyo para la adsorción de los metales pesados; asimismo, a diferencia del grafeno, el óxido de grafeno cuenta con métodos de producción más sencillos.

Por lo tanto, el objetivo general del presente trabajo de investigación es evaluar la capacidad de adsorción del material compuesto a base de Bentonita y Óxido de Grafeno para remover Arsénico en agua contaminada; para ello, se han trazado los siguientes objetivos específicos: Establecer la formulación adecuada del material compuesto y concentración de Óxido de Grafeno y Bentonita; preparar muestras de disoluciones de Arsénico con concentraciones de 0.04, 0.1 y 0.16 ppm; diseñar un proceso adecuado para la preparación y aplicación del material compuesto; seleccionar y aplicar el método analítico para caracterizar el material compuesto; y seleccionar y aplicar el método analítico para determinar el contenido de Arsénico en el agua.

2. ANTECEDENTES Y BASES TEÓRICAS

2.1. Antecedentes de la Investigación

Internacional

Singh, A. (2017). En su estudio de “Síntesis de óxido de grafeno para la eliminación de arsénico del agua”, realizado en Ludhiana, cuyo objetivo fue sintetizar óxido de grafeno a partir de polvo de grafito y la adsorción de arsénico en óxido de grafeno sintetizado en función del pH, el tiempo de contacto, temperatura y dosis de adsorbente. El autor llega a la conclusión que los experimentos de adsorción muestran que el GO tienen una capacidad excelente para la descontaminación de iones de arsénico (III), y en las condiciones óptimas del sistema por lotes (pH 6.0 y dosis de adsorbente de 10 mg) a temperatura de 30°C, la capacidad máxima de adsorción del GO sintetizado para la eliminación ion As (III) fue del 90%.

Sherlala, A., Raman, A., & Bello, M. (2017). En su estudio de “Adsorción de arsénico a partir de una solución acuosa utilizando óxido de grafeno magnético”, realizado en Malasia, cuyo objetivo fue sintetizar óxido de grafeno magnético y aplicarlo en la adsorción de arsénico en solución acuosa. Los autores llegan a la conclusión El óxido de magnetita-grafeno se sintetizó con éxito según lo verificado por el Análisis de XRD. El adsorbente muestra una alta capacidad de adsorción para el arsénico. La eficiencia de adsorción oscila entre 33.2% y 99.95%. Se encontró que los factores más significativos que afectan la capacidad de adsorción son la concentración inicial de arsénico, la dosis de adsorbente y la funcionalización con el material apropiado puede mejorar su capacidad de adsorción.

Duarte, O. (2016). En su estudio “Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción de arsénico en agua con óxido de grafeno”, realizado en Nicaragua cuyo objetivo fue en evaluar el efecto del pH sobre la capacidad de adsorción de arsénico en agua con óxido de grafeno y determinar el efecto del pH y establecer el valor al cual presenta la mejor capacidad de adsorción de arsénico en agua con óxido de grafeno.

El autor llega a la conclusión que la capacidad y el porcentaje de adsorción de arsénico con óxido de grafeno son considerablemente menores en comparación con óxido de grafeno funcionalizado con compuestos metálicos. La especie de As III fue la mejor adsorbida a un pH 3. Por otra parte, la especie de As V presentó su más alto valor a pH 7, pero fue 8 veces menos adsorbida que la especie de As III. El efecto del pH sobre la capacidad de adsorción no sigue el comportamiento esperado considerando el papel que desempeñan las cargas superficiales del óxido de grafeno y de las especies de arsénico. La concentración de arsénico presente en el óxido de grafeno luego de la adsorción es muy pequeña y no puede ser detectada por el SEM.

Mar, K., Karnawati, D., Putra, D., Igarashi, T., & Tabelin, C. (2013). En su estudio “Comparación de adsorción de arsénico con lignito, bentonita, esquisto y arena de hierro de Indonesia”, realizado en Indonesia cuyo objetivo fue comparar materiales arcillosos lignito, bentonita, esquisto y arena de hierro en la adsorción de arsénico en Indonesia. Los autores concluyeron que el tiempo de contacto utilizado para su experimento fue de 24 horas y de las pruebas de la influencia del pH en el proceso, la adsorción Arseniato es favorable entre pH 4 y pH casi neutros, pero que por encima de estos valores la adsorción decrece su eficiencia. Es preciso resaltar que la máxima adsorción para Lignito y Bentonita fue en un pH cercano a 5,5.

Nacional

Zare, K. (2018). En su estudio de “Remoción de arsénico de las aguas del rio Santa usando arcilla natural del centro poblado de Otuzco-Cajamarca”, realizado en Perú cuyo objetivo fue determinar si la arcilla natural del Centro Poblado de Otuzco - Cajamarca es efectiva para remover el arsénico que está a 100 metros antes de la desembocadura de las aguas del rio Santa al mar. El autor llegó a la conclusión que la arcilla tratada es del tipo moscovita por lo cual no tiene mucho poder de adsorción de acuerdo a los resultados obtenidos de la Difracción de Rayos X. y las concentraciones de arsénico en la muestra M2 después de ser tratada es 0.079mg/L, este valor no es apto para el consumo humano sobrepasa los límites máximos permisibles para la calidad ambiental del agua que es 0.010 mg/L.

Tapia, L. (2017). En su estudio Evaluación de arsénico con chacko (Hidralgirita) en aguas subterráneas contaminadas del distrito de Taraco–Puno, realizado en Perú cuyo objetivo fue evaluar la adsorción de arsénico usando chacko (Hidralgirita) natural con alto contenido de óxidos minerales en aguas subterráneas contaminadas del Distrito de Taraco - Puno. La autora llega a la conclusión que existen métodos convencionales y no convencionales para la remoción de arsénico a partir de aguas contaminadas. Los métodos no convencionales muestran mayor capacidad de adsorción de arsénico.

Los adsorbentes con alto contenido de óxido de hierro, óxido de manganeso muestra mayor capacidad de adsorción de arsénico. En la evaluación de las variables más influyentes de la adsorción de As, se obtuvieron condiciones favorables: tiempo de contacto 70 min, cantidad de adsorbente 0.2 g; pH 7.5 y temperatura 25°C. En la cinética de adsorción se evaluaron los cinéticos de Pseudo primer orden, Pseudo segundo orden, Elovich y Difusión intraparticular.

Los datos cinéticos indicaron que el modelo se Pseudo orden describió mejor la velocidad de adsorción del ion As con constante de velocidad de Pseudo segundo orden: $k_2=42.61 \text{ g/mg.min}$ y $R^2=0.9907$ para variación de tiempos de 20 – 90 min. Se llegó a una máxima porcentaje de capacidad adsorción de As con Chacko (Hidralgirita) al 84%.

Alvarez, G. & Veli, L. (2014). En su estudio de “Remoción de arsénico mediante arcilla natural del agua procedente del Manantial de Quero–Jauja”, realizado en Perú, cuyo objetivo fue Remover el arsénico mediante arcilla natural del agua para consumo humano del manantial de Quero – Jauja y determinar los niveles más adecuados de las variables independientes en la remoción de arsénico mediante la arcilla natural proveniente de Parco – Jauja. Los autores concluyen que la caracterización química del agua del manantial de Quero – Jauja, se observa que el arsénico es el único elemento por encima de los LMP (0,010 mg/L) según el reglamento de la Calidad del Agua para Consumo Humano (DS N° 031-2010-SA), siendo su concentración 0,04920mg/L Los niveles más adecuados de las variables según los experimentos realizados en el presente estudio son un pH 5,5 y un tiempo de contacto de 12 hora, bajo estas condiciones se logra remover el 97.5% de arsénico presente en la muestra de agua de manantial; se reduce la concentración de arsénico de 0,05150 mg/L a 0,00131mg/L.

Poma, L. (2017). En su estudio de “Comparación de materiales compuestos a base de óxido de grafeno reducido para remover plomo de efluentes”, realizado en Lima, Perú cuyo objetivo fue sintetizar materiales compuestos con oxido de grafeno reducido utilizando diatomita y ferrita natural con capacidad de adsorción de materiales pesados como el plomo y analizar el material compuesto óptimo para altas concentraciones de Pb (II). La autora llega a la conclusión que se comparó la diatomita-rGO y ferrita-rGO, siendo el material compuesto con diatomita el más óptimo.

Se obtuvo un material altamente adsorbente, conformado por diatomita-rGO, debido a que la diatomita por si sola ya presenta una gran área superficial optimizando sus propiedades de adsorción con el rGO para el tratamiento de aguas residuales. Removiendo plomo a 200 ppm un 90% aproximadamente.

Local

No se han encontrado estudios realizados al respecto.

2.2. Base Teórica

2.2.1. Arcillas.

Las arcillas forman parte de una gran familia de minerales constituidas por minerales arcillosos acompañados por impurezas tales como cuarzo, feldespato, y/o yeso, entre otros. El significado del término “mineral arcilloso” depende de la disciplina en tratamiento, aunque como denominador común podemos clasificar a estos materiales según su tamaño de partícula, cantidad de fracción arcillosa, constitución química y propiedades específicas. De esta manera es posible definir arcilla como material natural compuesto por partículas de grano fino con propiedades plásticas, que contienen agua en su estructura y poseen la propiedad de endurecer al ser secadas y/o calcinadas (Guggenheim & Martin, 1995).

2.2.1.1. Estructura.

Los minerales arcillosos poseen estructura laminar, y es por esta razón que son incluidos dentro de los denominados “filosilicatos”. Estructuralmente las arcillas se encuentran formadas por dos unidades básicas; una de ellas constituida por grupos tetraédricos de Si^{+4} cuyos iones pueden ser reemplazados por Al^{+3} , Fe^{+3} .

La otra capa se encuentra formada por grupos octaédricos, principalmente Al^{+3} , con un cierto grado de sustitución isomórfica por iones Mg^{+2} , Fe^{+2} , Fe^{+3} , Cr^{+3} , Mn^{+2} , Zn^{+2} (Brindley & Brown, 1980).

2.2.1.2. Clasificación.

Las arcillas se clasifican en dos grandes grupos: arcillas laminares o filosilicatos y fibrosas. Como también se encuentra otro tipo de clasificación más completa para las arcillas, teniendo en cuenta su tipo de estructura cristalina. Las cuales son: Caolines, illita, vermiculita y esmectitas siendo la última estudiada en el siguiente trabajo.

La esmectita está constituida por láminas tipo 2:1, una capa octaédrica, normalmente gibsita o en algunos casos brucita ($\text{Mg}_3(\text{OH})_4^{+2}$); entre dos capas tetraédricas de sílice. Forma enlaces con metales como potasio, generando enlaces débiles entre las láminas. La capacidad que poseen las esmectitas de adsorber moléculas de agua, hacen que su volumen aumente considerablemente. Este mineral arcilloso es el constituyente principal de las bentonitas y otras variedades similares, y son el resultado de la meteorización del feldespato plagioclasa en depósitos de cenizas volcánicas (Largo & Villamarin, 2013).

2.2.1.3. Bentonita.

Las bentonitas, consideradas como suelos arcillosos montmorilloníticos altamente plásticos y altamente expansivos, son sólidos formados por láminas moleculares constituidas por arreglos tetraédricos de sílice y octaédricos de alúmina unidos covalentemente en relación Si:Al (2:1).

El retículo cristalino de estos sólidos es función de la ocupación del espacio interlaminar por sus contraiones y sus ligantes (Moreno, Gonzáles, Sotomayor, & Benavente, 2006).

La bentonita sódica abunda en los departamentos de Tumbes y Piura y la cálcica en el departamento de Ica. Se ha sugerido la existencia de una franja de depósitos de bentonita desde el valle de Asia en el departamento de Lima, hasta el río Majes en el departamento de Arequipa. En la franja interandina de los departamentos de Cajamarca, Ancash, Junín, Ayacucho y Puno también existen depósitos de Bentonita. (Glave & Kuramoto, 2002).

La bentonita se caracteriza por poseer un área superficial elevada, lo que se debe a su morfología laminar y el pequeño tamaño de los cristales (Rozalén, 2006). Asimismo, las bentonitas son destacadamente plásticas conteniendo de 20 a 40 veces mayor cantidad de materias arcillosas en forma coloidal que las arcillas plásticas usuales; por ello ejerce, incluso en pequeñas proporciones, una acción considerable sobre la plasticidad de los materiales cerámicos (Hevia R. , 2007, pág. 13). Una de las propiedades más distintivas de la bentonita es su capacidad de hincharse considerablemente en agua, formando masas gelatinosas. Este fenómeno ocurre por la hidratación del espacio interlaminar, y depende a la naturaleza del catión interlaminar y de la carga de la lámina. Para que una arcilla pueda ser considerada como bentonita, en el sentido comercial de la palabra, debe hincharse aumentando por lo menos cinco veces su volumen. Normalmente una bentonita de buena calidad se hincha en agua de 10 a 20 veces su volumen; en casos excepcionales esta relación llega a 30 (Hevia R. , 2007, pág. 13).

2.2.1.3.1. *Área superficial.*

La superficie específica de un área superficial de una bentonita, se define como el área de la superficie externa, más el área de la superficie interna de las partículas constituyentes por unidad de masa expresada en m^2/g . La bentonita por lo general posee un área superficial externa elevada, lo que se debe a su morfología laminar y el pequeño tamaño de los cristales. (Rozalén Astudillo , 2006).

2.2.1.3.2. *Capacidad de hinchamiento.*

Al ser relativamente pequeña la carga negativa de las láminas de bentonita (y por tanto la proporción de cationes interlaminares) la unión de las láminas con los cationes interlaminares es débil. Debido a esto el agua penetra fácilmente en el espacio interlaminar produciendo un aumento del espacio basal, que trae como consecuencia un hinchamiento de la bentonita y la formación de suspensiones coloidales.

La montmorillonita se hidrata por pasos. El agua penetra lentamente entre las láminas de silicio-oxígeno, las cuales actúan como canales que favorecen relativamente el acceso de más agua. Si se dispone de suficiente agua, los iones agrupados en la superficie de las láminas se hidratan y generan cargas positivas. Al mismo tiempo las láminas de silicio-oxígeno crean cargas negativas, que provocan la repulsión entre ellas, separándose y causando el hinchamiento característico de las bentonitas (Rozalén Astudillo , 2006). Hay que tener en cuenta que la capacidad de hinchamiento depende del tipo de bentonita.

La diferencia entre el hinchamiento de la bentonita sódica y cálcica se debe a la fuerza de atracción de los cationes entre las capas. La fuerza de atracción del catión calcio es más fuerte lo que conlleva a una reducción de la cantidad de agua que puede ser absorbida, mientras que la fuerza de atracción del catión sodio es más pequeña por lo que permite una mayor capacidad de retención del agua entre las capas (De Oliveira , 2009).

2.2.1.3.3. Capacidad de intercambio iónico.

La capacidad de intercambio catiónico se puede definir como la suma de todos los cationes de cambio que una bentonita puede absorber a un determinado pH. Es equivalente a la medida del total de cargas negativas del mineral (De Oliveira , 2009).

La capacidad de intercambio se debe fundamentalmente a la propiedad de reemplazar los cationes interlaminares, débilmente ligados a su estructura, por otros cationes diferentes cuando estos últimos se encuentran en solución acuosa. De esta manera, la capacidad de intercambio catiónico de una bentonita oscila entre 80 y 150 meq/100 g. La relativa facilidad con que los cationes pueden ser reemplazados en la región interlaminar viene dada a grandes rasgos por la serie: $\text{Li}^+ < \text{Na}^+ < \text{H}^+ < \text{K}^+ < \text{NH}_4^+ \ll \text{Mg}^{2+} < \text{Ca}^{2+}$. En general, la mayor carga y el menor radio atómico aumentan la preferencia de la bentonita por un catión (Hevia R. , 2007).

2.2.1.3.4. Capacidad de adsorción.

Existe una interacción de tipo químico entre el adsorbente, en el caso de la bentonita, y el líquido denominado adsorbato (De Oliveira , 2009).

La capacidad de adsorción se expresa en porcentaje de adsorbato con respecto a la masa y depende, para una misma arcilla, de la sustancia que se trate.

2.2.1.3.5. Hidratación e hinchamiento.

Una de las propiedades más distintivas de la bentonita es su capacidad de hincharse considerablemente en agua, formando masas gelatinosas. Este fenómeno ocurre por la hidratación del espacio interlaminar, y depende a la naturaleza del catión interlaminar y de la carga de la lámina.

A medida que se intercalan capas de agua y la separación entre las láminas aumenta, las fuerzas que predominan son de repulsión electrostática entre láminas, lo que contribuye a que el proceso de hinchamiento pueda llegar a disociar completamente unas láminas de otras. Cuando el catión interlaminar es el sodio, las bentonitas tienen una gran capacidad de hinchamiento, pudiendo llegar a producirse la completa disociación de cristales individuales de bentonita, teniendo como resultado un alto grado de dispersión y un máximo desarrollo de propiedades coloidales. Si, por el contrario, tienen Ca o Mg como cationes de cambio su capacidad de hinchamiento será mucho más reducida (Hevia R. , 2007).

2.2.1.3.6. Plasticidad.

Las arcillas y particularmente las bentonitas son destacadamente plásticas. No obstante, se admite que la bentonita contiene de 20 a 40 veces mayor cantidad de materias arcillosas en forma coloidal que las arcillas plásticas usuales; por ello ejerce, incluso en pequeñas proporciones, una acción considerable sobre la plasticidad de los materiales cerámicos, aumentándola significativamente.

En comparación con una arcilla plástica, puede admitirse que la bentonita contiene de 80 a 90% de partículas coloidales, mientras que aquella contiene de 40 a 45% como máximo.

Esta propiedad se debe a que el agua forma una envoltura sobre las partículas laminares produciendo un efecto lubricante y deslizando unas partículas sobre otras por la existencia de esfuerzo sobre ellas (Hevia R. , 2007).

2.2.1.3.7. Tixotropía.

Este es un fenómeno conocido únicamente en suspensiones coloidales, y se dice que una substancia presenta el fenómeno de la tixotropía, cuando la aplicación de un esfuerzo deformante reduce su consistencia, entendiéndose por consistencia, el grado de resistencia que ofrece la mezcla a fluir o a deslizarse. La resistencia suele llamarse también viscosidad (Hevia R. , 2007).

2.2.2. Carbono.

El carbono, se podría considerar como un elemento omnipresente, tiene una gran diversidad en la Tierra expandiéndose incluso a todo el sistema solar.

Los seres vivos están formando de compuestos de carbono complejos cumpliendo una función orgánica, estructural, química y genética (Wade, 2004). Adicionalmente, el carbono y sus derivados cuentan actualmente con una serie de aplicaciones tecnológicas (Ganham, 2000).

Debido a la versatilidad que presenta el carbono, este puede formar largas cadenas de átomos las cuales pueden ser lineales o ramificadas.

Asimismo, el carbono puede formar diferentes tipos de enlaces, uniéndose mediante enlaces simples, dobles o triples consigo mismo y con otros elementos. Una de las consecuencias es la capacidad para poder formar una variedad de alótropos (Quiroz & Hernández, 2015).

2.2.2.1. Alótropos del Carbono.

Según Rodríguez (2012), los alótropos de carbono se pueden clasificar en base a su hibridación, como se muestra en la siguiente tabla:

Tabla 1.
Alótropos del carbono según hibridación

Hibridación	Alótropos
sp^3	Diamante - Cúbico. - Hexagonal.
sp^2	Grafito. - Hexagonal. - Rombohedral.
sp	Carbino. - α -carbino. - β -carbino.
sp^3+sp^2+sp	Carbono amorfo. Carbono vítreo. Negro de carbono.
sp^n (con $3 > n > 1$)	Fullerenos. Nanotubos de carbono.

Nota. Fuente “Obtención de hojas de óxido de grafeno para el desarrollo de nanocompositos poliméricos” (Rodríguez C. , 2012).

Dentro de estos alótropos, y debido a que han sido descubiertos desde hace siglos, el diamante y el grafito son los alótropos más estudiados y de los que se tiene más información. El grafito presenta hibridación sp^2 , teniendo una disposición trigonal plana. Cada átomo se une covalentemente a otros tres átomos de carbono, mecánicamente sus planos pueden deslizarse uno sobre otros.

2.2.3. Grafeno.

En el año 2004, Andre Geim y Konstantin Novoselov, por primera vez lograron aislar una capa de grafeno, el cual, hasta ese momento, se consideraba como un material teórico que no podía ser sintetizado ni producido a gran escala, este descubrimiento fue honrado con el Premio Nóbel en Física en el año 2010 (Singh, Joung, & Zhai, 2011).

A partir de ese momento, el grafeno ha sido material de estudio. Se considera al grafeno como una monocapa de átomos de carbono con hibridación sp^2 organizados de manera hexagonal (Cooper, D'Anjou, & Ghattanmaneni, 2012).

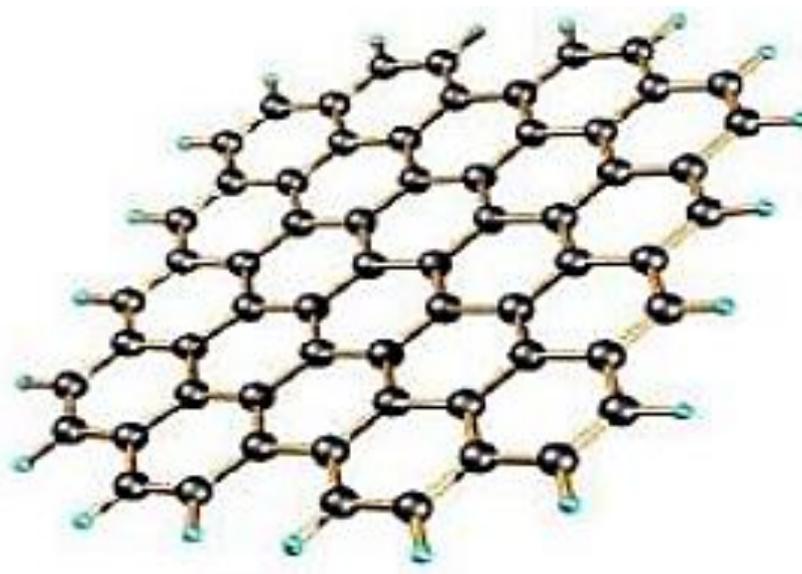


Figura 1. Estructura de una lámina de grafeno. Recuperado de “Grafeno: Síntesis, Propiedades y Aplicaciones Biomédicas” (Rodríguez A. , 2016).

Quiroz (2015) menciona que podríamos decir que el grafeno es la materia prima de otros alótropos del carbono, puesto que puede plegarse para formar Fullerenos, enrollarse para formar nanotubos o incluso apilarse para formar grafito:

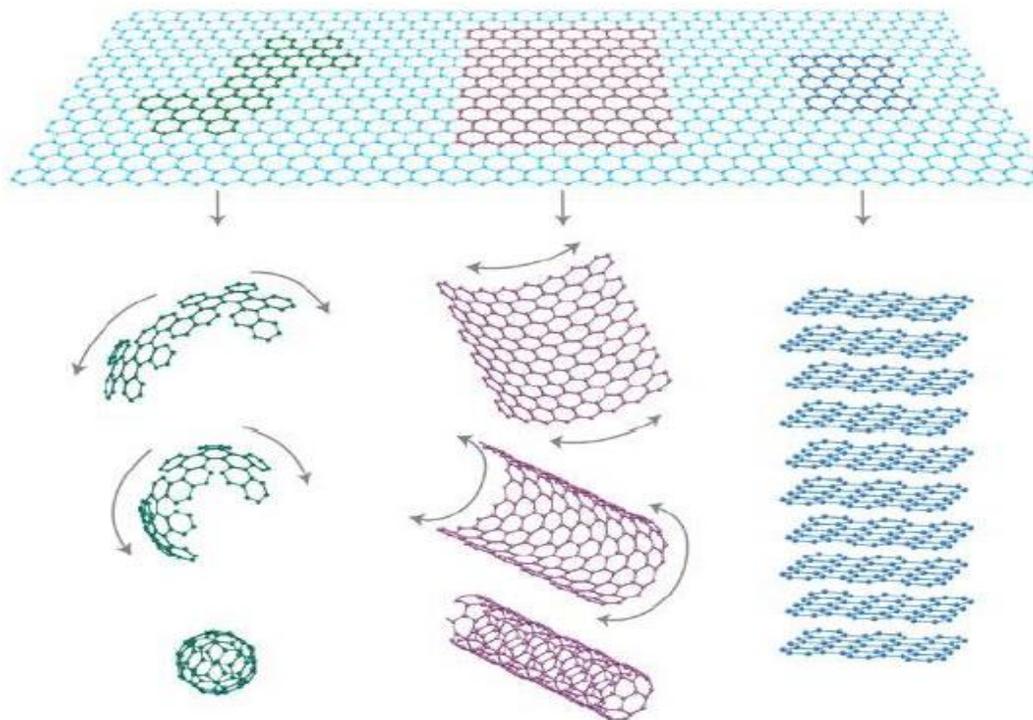


Figura 2. Grafeno: Materia prima para otros alótropos de carbono. Recuperado de Imagen Nature Materials (2007), 6, 183.

El grafeno es el material de los superlativos, debido a que apunta a ser el mejor en una serie de propiedades como conductividad eléctrica de $10^6 \Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$ (Li, y otros, 2009), es casi transparente, presenta alta movilidad de portadores de carga con un valor de $2.5 \times 10^5 \text{cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ (Bolotin, Sikes, Jiang, Klima, & Fudenberg, 2008), alta área superficial alcanzando $2630 \text{m}^2 \text{g}^{-1}$ (Stoller, Park, Zhu, An, & Ruoff, 2008), excelente resistencia mecánica con un módulo de Young superior a 1 TPa (Lee, Wei, Kysar, & Hone, 2008), una gran conductividad térmica superando los 3000W Mk^{-1} (Balandín, 2011), entre otras propiedades, lo que permite considerar al grafeno como un material para potenciales aplicaciones dentro del campo de la electrónica, nanotecnología de los materiales, purificación de agua, biotecnología, transistores, celdas fotovoltaicas, sensibilidad molecular, entre otros.

El grafeno fue obtenido por primera vez a través del método de exfoliación mecánica, sin embargo, este método tiene bajo rendimiento y el producto obtenido en su mayoría son varias capas de grafeno o *Few Layer Graphene* (FLG). Posteriormente, se han propuesto otras vías para producción de grafeno, entre las que se encuentran la fotoexfoliación, exfoliación en fase líquida, deposición química de vapor, crecimiento epitaxial por haces moleculares, entre otros (Bonaccorso, y otros, 2012). Sin embargo, estos métodos tienen ciertas desventajas, como por ejemplo la no aplicabilidad para la producción a gran escala, o la producción de un grafeno con mayor número de defectos.

2.2.4. Óxido de grafeno.

El óxido de grafeno es un material de tan sólo un átomo de espesor. Se podría considerar que el óxido de grafeno es una forma oxidada del grafeno. Este material se encuentra formado por carbón, oxígeno e hidrógeno en diferentes proporciones, se obtiene a partir del tratamiento del grafito, el cual es barato y abundante, con fuertes oxidantes por lo que se encuentra funcionalizado con grupos hidroxilos, epoxi, carbonilos, carboxílicos, entre otros (Dreyer, Park, Bielawski, & Ruoff, 2010).

El interés por este material surgió a partir del descubrimiento del grafeno, debido a que el óxido de grafeno ofrecía una ruta para la producción a gran escala del grafeno, a través de la reducción del mismo, sin embargo, con el tiempo, ha habido un crecimiento de interés intrínsecamente relacionado al óxido de grafeno, toda vez que cuenta con un área superficial comparable a la del grafeno, asimismo, la funcionalización de grupos oxigenados con la que cuenta le permite tener grandes ventajas en dispersiones en el agua, y tener un carácter anfifílico.

La estructura del óxido de grafeno comprende a una serie de grupos funcionales hidroxilos, epoxi que se encuentran funcionalizando al plano basal de la monocapa de carbono, mientras los bordes se encuentran, en parte, ocupados por grupos carboxílicos, carbonilo y lactoles (Dreyer, Park, Bielawski, & Ruoff, 2010). A diferencia de otras especies, el óxido de grafeno presenta una composición química variable y una distribución atómica aún no esclarecida, existiendo las siguientes propuestas para su estructura química (Vargas, 2017):

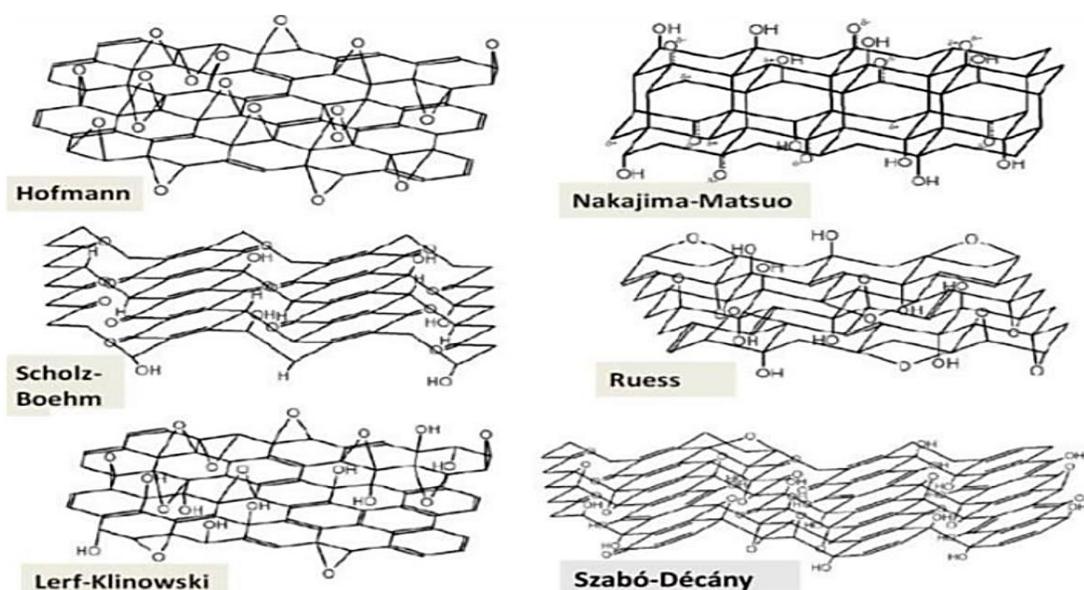


Figura 3. Principales modelos propuestos de la estructura del Óxido de Grafeno. Recuperado de “Síntesis de óxido de grafeno reducido y animado químicamente y su influencia en las propiedades eléctricas y mecánicas de nanocompositos a base de caucho natural” (Vargas, 2017).

2.2.4.1. Propiedades físicas.

2.2.4.1.1. Propiedades mecánicas.

Mediante Microscopía de Fuerza Atómica, se verificó que el Óxido de Grafeno producido a través del método de Hummer’s modificado cuenta con un módulo de 207.6 ± 23.4 GPa, módulo comparable al del grafeno (Suk, Piner, An, & Ruoff, 2010).

Asimismo, las propiedades de los nanocompuestos poliméricos se ven largamente beneficiados del uso de óxido de grafeno, por ejemplo, la fuerza elástica del acetato de polivinilo incrementó más de cinco veces al estar reforzada con óxido de grafeno en un 20% (Cheng-An, y otros, 2017).

2.2.4.1.2. Propiedades eléctricas.

Generalmente el proceso de producción de óxido de grafeno conlleva a la ruptura de enlaces de orbitales sp^2 , paralelamente a la adición de varios grupos oxigenados que inhiben la conductividad, resultando en un material eléctricamente resistente (Tang, y otros, 2012). Según sea la aplicación, se requiere un material con una mayor conductividad eléctrica, en ese sentido, este objetivo es logrado mediante la reducción del óxido de grafeno, resultando en una conductividad de $2.98 \times 10^4 \text{ Sm}^{-1}$ (Pei, Zhao, Du, Ren, & Cheng, 2010).

2.2.4.1.3. Propiedades térmicas.

Análogamente a las propiedades eléctricas, el óxido de grafeno posee una baja conductividad térmica, con un valor de $0.5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, por lo que el óxido de grafeno no resulta en buen candidato para usos como conductor térmico (Rentería, y otros, 2015).

A pesar que, para muchos casos se requiere un material con alta conductividad térmica, en algunas ocasiones se requiere un material aislante, como es el óxido de grafeno, el cual ha encontrado uso como fibras para incrementar las propiedades ignífugas de polímeros (Wicklein, y otros, 2014).

2.2.4.2. Propiedades químicas.

2.2.4.2.1. Reducción.

La reacción de reducción juega un rol muy importante en el óxido de grafeno debido a que, a través de ella, la conductividad eléctrica puede ser recuperada toda vez que la reducción conlleva la reposición de la red de enlaces π . Asimismo, esta reacción también es de gran utilidad puesto que el producto obtenido, el óxido de grafeno reducido, tiene una gran similitud con el grafeno, esta similitud radica en sus propiedades: eléctricas, térmicas, mecánicas, entre otras.

Hay una serie de métodos para la reducir el óxido de grafeno, dentro de los cuales, el más común es utilizando como agente el mono-hidrato de hidrazina, el cual resulta atractivo, ya que, a diferencia de otros agentes reductores, éste no reacciona con el agua; en adición a ello, el proceso de reducción llevado a cabo de esta forma no afecta al resto de funcionalidades presentes.

El óxido de grafeno también puede ser reducido mediante reacciones de fotocatalisis a través del uso de la luz UV en presencia de ciertos catalizadores como por ejemplo el óxido de titanio (Williams, Seger, & Kamt, 2008).

En los últimos años se han desarrollado otras vías de obtención de óxido de grafeno reducido a través de agentes reductores “verdes”, los cuales han reportado ser efectivos, entre estos se encuentran el ácido ascórbico, azúcares, aminoácidos e incluso microorganismos (De Silva, Huang, Joshi, & Yoshimura, 2017).

2.2.4.2.2. *Funcionalización química.*

El óxido de grafeno también se caracteriza por ser un material apto para la aceptación de otros grupos funcionales de carácter covalente o no covalente, como resultado se obtiene un material de mayor versatilidad con un mayor rango de aplicaciones.

Entre los grupos funcionales que se encuentran en la superficie del óxido de grafeno, se encuentran grupos carboxílicos, epoxi e hidroxilo; los cuales participan en conjunto durante las reacciones de funcionalización química (Dreyer, Park, Bielawski, & Ruoff, 2010).

La reacción de los grupos carboxílicos presentes en el óxido de grafeno suele ocurrir mediante la adición de pequeñas moléculas orgánicas, como por ejemplo grupos amino, este tipo de reacciones requiere la previa activación del grupo ácido, lo cual se lleva a cabo a través del cloruro de tionilo, resultando en un tipo de unión covalente (Niyogi, y otros, 2006).

Con respecto a los grupos epoxi, estos tienen a ser fácilmente modificados mediante reacciones de apertura de cadena a través de ataques nucleofílicos de aminas en el carbón de posición alfa. Las reacciones en el grupo epoxi han encontrado utilidad para la estabilización de dispersiones en fase sólida de grafeno químicamente modificado (Dreyer, Park, Bielawski, & Ruoff, 2010).

2.2.4.3. Síntesis.

Documentalmente se tiene conocimiento que la síntesis del óxido de grafeno fue inicialmente demostrada por Brodie en el año 1859, el proceso consistía en añadir clorato potásico a una mezcla de grafito en ácido nítrico (Brodie, 1859).

En el año 1898, Staudenmaier mejoró el proceso de producción de óxido de grafeno utilizando, aparte del ácido nítrico, ácido sulfúrico y añadiendo el clorato de potasio en alícuotas durante el proceso de reacción (Marcano, y otros, 2010).

En el año 1958, Hummers introdujo el método de producción de óxido de grafeno más conocido hasta la fecha, el cual consiste en oxidar el grafeno con permanganato de potasio y ácido nítrico en una solución de ácido sulfúrico concentrado. La fuente más común para la obtención del óxido de grafeno, son películas de grafito (Hummers & Offeman, 1958). Actualmente, se utilizan variaciones de este proceso para incrementar ciertos parámetros, todas estas variaciones adoptan el nombre de proceso de Hummers modificado.

2.2.4.4. El Óxido de Grafeno para el tratamiento de aguas

El óxido de grafeno es un material que demuestra una serie de ventajas en el tratamiento de aguas, debido a que, al contar en su superficie con una gran abundancia de grupos oxigenados cargados negativamente, como por ejemplo los grupos hidroxilo, epoxi, carbonilo, y carboxilo; es un material que se proyecta como buen candidato a ser utilizado en los procesos de tratamiento de agua a través del fenómeno de adsorción, puesto que, dicha superficie funcionalizada negativamente

interactúa con los cationes metálicos que podrían estar presentes en aguas contaminadas, esta interacción naturalmente es de naturaleza principalmente electrostática, ubicándonos dentro de un proceso de fisisorción.

Asimismo, también se considera al óxido de grafeno como un buen candidato para el tratamiento de aguas, toda vez que, la presencia de grupos oxigenados incrementa el espacio interlaminar lo que incrementa la permeabilidad de este material, facilitando el flujo de las moléculas de agua a través de las diferentes capas de óxido de grafeno.

2.2.5. Caracterización.

2.2.5.1. Espectroscopía Infrarroja.

La espectroscopía es el estudio de la interacción entre la luz y la materia, estando la luz compuesta por un espectro continuo de energía llamado el espectro electromagnético total. Los tipos de radiación son agrupados según los efectos químicos y físicos que estos pueden producir sobre la materia.

Dentro de los parámetros utilizados para caracterizar los diferentes espectros, encontramos la frecuencia (ν), longitud de onda (λ), el número de onda ($\tilde{\nu}$), velocidad de la luz (c), energía (E), entre otros. Asimismo, de manera genérica, podemos establecer ciertas relaciones entre estos parámetros, por ejemplo, se puede señalar que la frecuencia es directamente proporcional a la energía, y a la vez, inversamente proporcional a la longitud de onda y directamente proporcional al número de onda.

En ese sentido, los diferentes tipos de radiación pueden ser ordenados, no sólo por los efectos que producen sobre la materia, sino también de acuerdo con los parámetros citados en el párrafo anterior, como se muestra en la siguiente imagen:

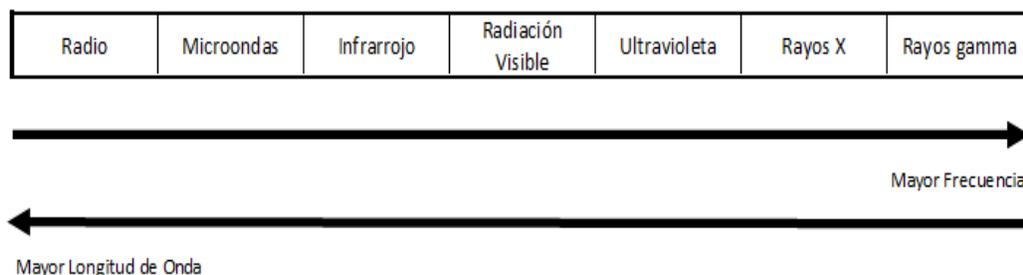


Figura 4. Espectro Electromagnético Total

Basándonos en el parámetro frecuencia, podemos verificar que el espectro infrarrojo, se encuentra anterior a la radiación visible, específicamente al espectro correspondiente al color rojo, motivo por el cual adopta el nombre de infrarrojo; este tipo de radiación es la que hemos utilizado para poder caracterizar a nuestros materiales.

La radiación infrarroja aporta una cantidad de energía suficiente para producir movimiento vibracionales, traslacionales y rotacionales en las moléculas. Es a través, de la energía absorbida y posteriormente liberada por las moléculas, la cual es colectada a través de un detector, que podemos obtener un espectro el cual presenta picos con los cuales determinaremos el tipo de molécula presente en nuestra muestra. El equipo utilizado en el presente trabajo de investigación es el Equipo de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) Thermo Fisher Nicolet iS50 FT-IR.

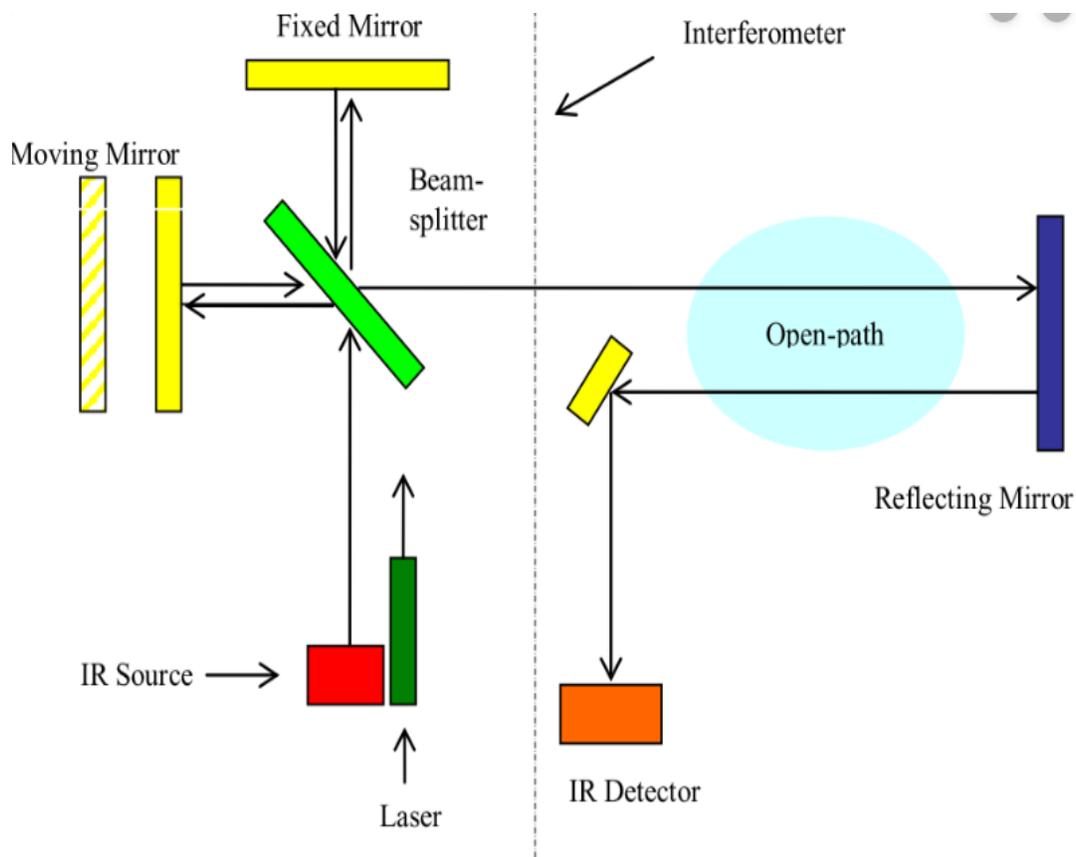


Figura 5. Diagrama que muestra el principio de operación del equipo de Espectroscopía Infrarroja.

2.2.5.2. Absorción Atómica.

La espectroscopía por absorción atómica es la técnica principal usada para la determinación de metales pesados. Este método está basado en la medida de absorción de radiación óptica por átomos en estado gaseoso. El principio de esta técnica es la conversión del analito de interés en vapor, una vez conseguido esto, absorbe una cantidad de radiación la cual proviene de una fuente apropiada para el analito. La cantidad de fotones absorbido se encuentra determinada por la Ley de Beer, la cual relaciona la pérdida de poder radiante con la concentración de la especie absorbente y con el espesor del recipiente que contiene los átomos absorbedores. (Siaka, 1998)

2.2.6. Agua.

Es el factor abiótico más importante de la tierra y uno de los principales constituyentes del medio en que vivimos y de la materia viva.

Aproximadamente un 71% de la superficie terrestre está cubierto por agua en estado líquido, que se distribuye por cuencas saladas y dulces, formando océanos, mares, lagos y lagunas. El 97% del agua está en los océanos. Se la encuentra además como gas constituyendo la humedad atmosférica, las nubes y también en forma sólida.

El agua debido a su composición química y su estructura dipolar, forma puentes de hidrogeno que son responsables de las características tan especiales que tiene y que han hecho posible la vida sobre la tierra. (Lucas Rosales & Romero Damas, 2015)

2.2.6.1. Consumo de agua.

La población mundial sigue creciendo, aunque a un ritmo más lento que en cualquier momento desde 1950, debido a la reducción de los niveles de fertilidad. Desde un estimado 7.7 billones de personas en todo el mundo en 2019, la proyección de variante media¹ indica que la población mundial podría crecer a alrededor de 8.5 mil millones en 2030, 9.7 mil millones en 2050 y 10.9 mil millones en 2100. (Desa, 2019)

La disponibilidad de agua promedio anual en el mundo es de aproximadamente 1,386 millones de km³, de los cuales el 97.5% es agua salada y sólo el 2.5%, es decir 35 millones de km³, es agua dulce. De esta cantidad casi el 70% no está disponible para consumo humano debido a que se encuentra en forma de glaciares, nieve o hielo. (Clarke & King, 2004)

En el siglo XX, mientras la población mundial se triplicó las extracciones de agua se sextuplicaron. Esta situación aumenta el grado de presión sobre los recursos hídricos a nivel mundial. El principal uso del recurso hídrico a nivel mundial, conforme a estimaciones de la FAO, es el agrícola, con el 72% de la extracción total (Conagua, 2011).

2.2.6.2. Normas legales.

Dentro de las normas legales más importantes con respecto a la calidad del agua tenemos:

2.2.6.2.1. Decreto Supremo N° 031-2010-SA

Reglamento que establece, entre otros conceptos, los parámetros con los que debe contar el agua para consumo humano, con el fin de garantizar su inocuidad, así como proteger y promover la salud y bienestar de la población en el Estado Peruano. En esta normativa, se establece que el límite máximo permisible de Arsénico es de 0.010 mg As L⁻¹. (Decreto Supremo N° 031-2010-SA, 2010).

2.2.6.2.2. Resolución de Consejo Directivo N° 015-2012-SUNASS-CD

Aprueban frecuencia de muestreo de los parámetros que deben ser controlados por las Entidades Prestadoras de Servicios de Saneamiento (EPS) respecto a la calidad del agua potable (SUNASS, 2013).

2.2.6.2.3. Decreto Supremo 004-2017 MINAM

El presente Decreto supremo establece los niveles de concentración de los elementos, sustancias, parámetros físicos y químicos y biológicos, presentes en el agua en su condición de cuerpo receptor y componente básico de los

ecosistemas acuáticos que no represente riesgo significativo para la salud de las personas ni para el ambiente.

Asimismo, la norma compila las disposiciones aprobadas mediante el Decreto Supremo N° 002-2008-MINAM, el Decreto Supremo N° 023-2009-MINAM y el Decreto Supremo N° 015-2015-MINAM, que aprueban los Estándares de Calidad Ambiental (ECA) para Agua, quedando sujetos a lo establecido en el presente Decreto Supremo y el Anexo que forma parte integrante del mismo (MINAM, 2017).

2.2.7. Arsénico.

El arsénico (As) es un elemento natural abundante en la naturaleza. La mayor fuente de arsénico se encuentra en los minerales de cobre, zinc y plomo, con los que se asocian en forma de sulfuros. Los minerales o rocas contienen aproximadamente el 99 % del arsénico disponible en la naturaleza (Sikder, Tanaka, Saito, & Kurasaki, 2014) y se encuentra presente en 4 diferentes estados de valencia que son: As^{-3} , As^0 , As^{+3} y As^{+5} donde predomina el arseniato, As^{+5} y arsenito, As^{+3} (Oscoco, 2014).

2.2.7.1. Propiedades.

El arsénico (As) es un elemento ubicuo, está clasificado como metaloide y, junto con el nitrógeno y el fósforo, con los que comparte sus propiedades, pertenece al grupo V de la tabla Periódica. En su estado oxidado, el As puede tener valencias +3 [As(III)] y +5 [As(V)]. Los compuestos de As(III) forman derivados piramidales con un par de electrones no compartidos lo que le permite formar complejos con ácidos de Lewis y metales de transición.

En contraste, los compuestos de As(V) tiene una estructura trigonal bipyramidal, en la cual los enlaces axiales suelen ser más largos que los ecuatoriales. El As(V) no tiene electrones no compartidos, lo que probablemente contribuye a su estabilidad en la naturaleza (Albores, Quintanilla, Del Razo, & Cebrian, 1997).

2.2.7.2. Toxicidad.

El arsénico (III) es más tóxico que el arsénico (V), debido a que se une con más facilidad a los grupos sulfidrilo de las proteínas en el organismo de un ser vivo. El mecanismo de toxicidad del As (III) sufre probablemente un proceso de metilación, originando productos altamente reactivos que afectan al ADN. El síntoma inicial, de las afecciones provocadas por la ingestión de arsénico, es la aparición de queratosis, una decoloración de la piel, posteriormente se desarrollan cánceres y graves daños en el hígado y riñón (Bernex & Novoa, 2015).

2.2.7.3. Arsénico en aguas superficiales.

En aguas superficiales, como ríos, lagos, embalses, entre otros; que se caracterizan por contar con alto contenido de oxígeno, la especie más común es el arsénico pentavalente o arseniato (As^{+5}). Bajo condiciones de reducción, generalmente en los sedimentos de los lagos o aguas subterráneas se presenta en la forma de arsénico trivalente o arsenito (As^{+3}) (Amparán Ochoa, 2007) . En los ríos, el valor promedio de concentración de As es, en general, inferior a $0,8 \mu\text{g L}^{-1}$, aunque puede variar dependiendo de factores como recarga (superficial y subterránea), drenaje de zonas mineralizadas, clima, actividad minera y vertidos urbanos o industriales (Bundschuh, Pérez, & Litter, 2008).

2.2.7.4. Arsénico en aguas subterráneas.

La presencia de As en aguas subterráneas en elevadas concentraciones es considerada un problema mundial. (Vitela Rodríguez, 2011). Los numerosos casos de presencia de As en agua subterránea en el mundo están relacionados con ambientes geológicos diferentes: formaciones volcánicas, formaciones vulcano-sedimentarias, distritos mineros, sistemas hidrotermales, cuencas aluviales terciarias y cuaternarias. En los valores típicos de pH de las aguas subterráneas, las formas estables de As son As_2O_5 y $\text{As}_2\text{O}_{3(s)}$, sólidos que son suficientemente solubles para sobrepasar las concentraciones permitidas en agua de bebida. Bajo condiciones oxidantes, las especies estables de As son: H_3AsO_4 , H_2AsO_4^- , HAsO_4^{2-} y AsO_4^{3-} . En condiciones medianamente reductoras, H_3AsO_3 , H_2AsO_3^- y HAsO_3^{2-} son predominantes (Bundschuh, Pérez, & Litter, 2008).

2.2.7.5. Detección de arsénico en muestras.

Los métodos de espectroscopia atómica se basan en la interacción entre la radiación electromagnética y la materia, que se aprovecha para obtener información cualitativa y cuantitativa acerca de la composición de una muestra. La espectroscopia atómica implica la interacción entre la radiación electromagnética y los átomos en estado fundamental, y puede clasificarse en absorción, emisión o fluorescencia atómica. Los átomos se generan a través de sucesivos procesos de vaporización-atomización-ionización mediante una fuente de alta energía (Litter, Armienta, & Farías, 2009).

2.2.8. Métodos de tratamiento de agua.

Entre las técnicas más usadas para la remoción de metales pesados se encuentran la precipitación, intercambio iónico, ósmosis inversa, flotación, filtración, adsorción, entre otros (Poma, 2017). Sin embargo, la mayoría de estos métodos presentan ciertas desventajas principalmente económicas y de operación (Marchetti, Clément, Gérardin, & Loubinoux, 2000), para el caso de la precipitación, se requiere un complejo arreglo de tanques para los lodos y su subsecuente tratamiento; la desventaja para el intercambio iónico radica básicamente en su elevado costo, lo mismo sucede en el caso de la ultrafiltración; mientras que la ósmosis inversa presenta un elevado uso de energía (Fu & Wang, 2011). Ante ello, la adsorción se presenta como un buen candidato para la remoción de metales pesados, toda vez que es un proceso efectivo, fácil operación y diseño, económico y los agentes empleados se pueden regenerar (Poma, 2017).

2.2.8.1. Filtración por membrana.

Esta tecnología presenta altas eficiencias, requiere poco espacio, no es selectiva y es de fácil operación, pero genera una gran cantidad de lodos que contienen metales.

Se emplea en procesos para el tratamiento de agua potable, aguas residuales industriales y en menor medida aguas residuales domésticas. Las membranas pueden clasificarse de acuerdo a diferentes características como su peso molecular de corte, material de la membrana (sintéticos o polímeros naturales modificados, acoplados y estructurados), permeabilidad y solubilidad del soluto y el solvente en la película, superficie y espesor activo de la película, así como la carga de su superficie (Caviades, Muñoz, Perdomo, Rodríguez, & Sandoval, 2015).

Dentro de los filtros de membrana tenemos:

- **Electrodialisis:** Es una técnica de descontaminación que puede remover componentes iónicos de soluciones acuosas empleando membranas permeables selectivas en un campo eléctrico constante.
- **Osmosis Inversa:** Es un proceso de permeación a través de membrana para la separación por difusión controlada o cribado. Tiene la capacidad de seleccionar elementos de tan solo 0.0001 mm, lo que le otorga un amplio abanico de capacidades de tratamiento. Sin embargo, este procedimiento requiere un alto de energía, lo que se ve reflejado en una gran inversión económica, asimismo, la ósmosis inversa requiere una tasa elevada de mantenimiento de las membranas, contribuyendo aún más, a ser considerado como un proceso costoso.
- **Ultrafiltración:** La ultrafiltración es un proceso de fraccionamiento selectivo utilizando presiones de hasta 145 psi (10 bares) (Caviades, Muñoz, Perdomo, Rodríguez, & Sandoval, Tratamientos para la remoción de metales pesados metálicos presentes en aguas residuales industriales., 2015). La ultrafiltración impide el paso de bacterias y la mayoría de los virus, pero es permeable a algunos tipos de virus y de materia disuelta, como sustancias húmicas. Se recomienda la desinfección con cloro después de la ultrafiltración (Leal Ascencio, 2005).

2.2.8.2. Intercambio Iónico.

Es el proceso a través del cual los iones en solución se transfieren a una matriz sólida que, a su vez liberan iones de un tipo diferente, pero de la misma carga.

Las principales ventajas de intercambio iónico son la recuperación del valor del metal, la selectividad, menos volumen de lodos producidos y la reunión de las especificaciones de descarga estrictas (Zewail & Yousef, 2015).

2.2.8.3. Adsorción.

La técnica presenta remoción de una amplia variedad de contaminantes, alta capacidad, cinética rápida y posiblemente selectiva dependiendo de adsorbente de lo cual también depende su rendimiento, básicamente por la estructura física del mismo (Liu, Li, Wang, & Jiao, 2013).

Los carbonos activados, arcillas, biopolímeros, Zeolitas, perlas de sílice y plantas o desechos lignocelulósicos son algunos de los adsorbentes, generalmente con procesos variados de modificación química, comúnmente empleados para remover colorantes iónicos, metales pesados, materiales radioactivos entre otros contaminantes generados por diferentes tipos de industrias. (Caviades, Muñoz, Perdomo, Rodríguez, & Sandoval, 2015).

2.2.8.4. Precipitación Química.

Es la técnica más utilizada en los procesos industriales ya que es relativamente sencilla de operar, económica y selectiva, aunque su mantenimiento si es costoso debido a la alta generación de lodos. (Caviades, Muñoz, Perdomo, Rodríguez, & Sandoval, Tratamientos para la remoción de metales pesados metálicos presentes en aguas residuales industriales., 2015).

2.2.8.5. Electrocoagulación.

Es un proceso que aplica los principios de la coagulación-floculación en un reactor con características electrolíticas. Este es un recipiente dotado de una fuente de corriente y varios electrodos encargados de aportar los iones desestabilizadores de partículas coloidales que reemplazan las funciones de los compuestos químicos que se utilizan en el tratamiento convencional, induciendo la corriente eléctrica en el agua a través de placas metálicas paralelas de hierro o aluminio (Morante, 2002).

2.2.8.6. Coagulación-Floculación.

Es el método mediante el cual se logra desestabilizar el coloide y aglomerar posteriormente. En la primera etapa la coagulación elimina la doble capa eléctrica que caracteriza a los coloides y con la floculación se aglomeran los coloides mediante la atracción de partículas con el aglutinamiento de los floculantes.

2.2.8.7. Electro-floculación.

Es un proceso químico con adición electrolítica de iones metálicos. Su eficiencia en la remoción de los contaminantes se debe a que son arrastrados por las burbujas de gas (H_2 y O_2) que se producen en el sistema por lo que salen a flote en la superficie.

2.2.8.8. Flotación.

El proceso de flotación se basa en impartir las especies iónicas de metal en las aguas residuales hidrófobas mediante el uso de agentes activos de superficie (tensoactivos) y la posterior eliminación de estas especies hidrófobas por burbujas de aire.

2.2.8.9. Fotocatálisis en la degradación de metales pesados.

Se basa en la transferencia de carga a través de la interfaz entre el semiconductor y la solución acuosa contaminada. Donde la conductividad aumenta con la temperatura, ocurriendo la adsorción de los fotones y la distribución de diferentes estados electrónicos en la superficie, degradando moléculas orgánicas colorantes y metales pesados. (Jaramillo Páez & Taborda Ocampo, 2006).

2.2.9. Adsorción

La adsorción es el fenómeno mediante el cual una sustancia en fase líquida (adsorbato) es adsorbida en la superficie de un sólido (adsorbente) formando una lámina delgada (Alí, 2018). La adsorción puede ser física o química dependiendo del tipo de fuerzas que hayan interactuado entre el adsorbente y adsorbato. Entre los parámetros que afectan la eficiencia de adsorción se encuentran: la dosis inicial de adsorbente, concentración inicial, temperatura, pH, fuerza iónica, velocidad de agitación y tiempo de contacto (Chowdhury & Balasubramanian, 2014).

Numerosos materiales son utilizados para la remoción de impurezas, entre los que se encuentran carbón activado (Millones & Fiestas, 2019), nanotubos de carbono (Alí, 2012), los diferentes tipos de arcillas (Martínez, 2017), entre otros; estos materiales comparten características principales representativas de los materiales adsorbentes, como son gran área superficial específica y alta porosidad; sin embargo, la mayoría de estos materiales tienen ciertas desventajas como la necesidad de procesamiento previo y un costo elevado; frente a ello, la arcilla, resulta una buena candidata toda vez que cumple con las propiedades de un material adsorbente, es un material abundante y aparte es de fácil procesamiento.

Con el fin de mejorar el rendimiento de remoción de metales pesados, se ha considerado la opción de elaborar un material compuesto que comparta las características de alta porosidad y área superficial, pero aparte de ello, que se encuentre hibridizado con grupos funcionales que puedan ayudar en la interacción con iones metálicos mediante un proceso de fisisorción.

Es por ello que, se propone combinar el tipo de arcilla bentonita con el óxido de grafeno el cual aportaría una superficie funcionalizada; adicionalmente, el óxido de grafeno se caracteriza por tener una gran estabilidad (Yeh, Raidongia, Shao, Yang, & Huang, 2015) y permeabilidad en el agua (Hu & Mi, 2013), teniendo un carácter de simbiosis al juntarse con otros materiales, toda vez que es capaz de aumentar la permeabilidad de éstos hasta en 12 veces (Bano, Mahmood, Kim, & Lee, 2015), y paralelamente, tener un alto índice de rechazo frente a partículas, iones, entre otros. En ese sentido, podemos decir que la adsorción llevada a cabo a través del uso de nanomateriales es más efectiva, requiere una menor inversión de energía (lo que la hace más económica), requiere un menor mantenimiento toda vez que tiene un comportamiento más estable y resistente en el agua, presenta un alto índice de rechazo de iones, se caracteriza por una alta permeabilidad de agua; concluyendo que es una alternativa factible a ser estudiada con fines a incrementar su uso.

Finalmente, debemos recordar que la presencia de grupos silanoles en la diatomita y la presencia de, entre otros grupos oxigenados, grupos carboxilo en el óxido de grafeno origina que estos materiales sean compatibles covalentemente, consecuentemente, se espera que esto incremente la estabilidad del material compuesto.

3. MÉTODOS Y MATERIALES

3.1. Descripción del ámbito de estudio

3.1.1. Tipo de estudio.

El estudio es de tipo experimental, el cual se llevó a cabo en el Laboratorio de Investigación Multidisciplinaria de la Universidad Privada Antenor Orrego – Trujillo; así como también en el laboratorio de fisicoquímica de la facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias de la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo – Lambayeque.

3.1.2. Población y muestra

3.1.2.1. Población

La población está constituida por agua destilada de la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo, con un volumen de 2000 ml a la cual se le añadirá una cantidad preestablecida de Arsénico para formar soluciones de concentraciones variables de este metaloide.

3.1.2.2. Muestra.

13,5 litros de H₂O con Arsénico en concentraciones de 0.04, 0.1 y 0.16 partes por millón de este metal pesado.

3.2. Materiales, Equipos y Reactivos

3.2.1. Materiales.

3.2.1.1. Materiales de vidrio.

- 1 Matraz de Erlenmeyer de 1000 mL.
- 1 Fiola de 2L.
- 1 Vaso precipitado de 1000 mL.
- 1 Vaso precipitado de 600 mL.
- 1 Probeta de 50 mL.
- 1 Pipeta 5 mL.
- 1 Mortero.
- 1 Crisol de porcelana.
- 1 Luna de reloj.
- 1 Varilla.
- 2 Placas Petri.
- 1 Embudo de filtración Buchner.

3.2.1.2. Materiales de metal.

- 1 Espátula.

- 1 Cuchilla.
- 1 Tamiz de malla 75 μm (numero 200).
- 1 Vasija metálica.

3.2.1.3. *Materiales de plástico.*

- 34 Botellas de 500 mL.
- 14 Pares de Guantes.
- 2 Pissetas.
- 2 Cajas de tecnopor.
- 40 Tiras de papel de pH.
- 2 Mascarillas N95.
- 40 papeles filtros Whatman # 42.

3.2.2. Equipos.

- Balanza analítica Radwag XA82/220/2Y.
- Balanza de precisión Radwag WLC 6/A2.
- Baño de Ultrasonido Branson 5800.
- Estufa MMM Group Ecocell 111.
- Agitador magnético IKA C-MAG HS 7.

- Medidor de pH-metro.
- Filtrador al vacío.
- Soporte universal.
- Aro de soporte.
- Agitador de hélice.
- Equipo de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)
Thermo Fisher Nicolet iS50 FT-IR.
- Espectrofotómetro de absorción atómica modelo PinAAcle 900T marca
PerkinElmer.

3.2.3. Reactivos y materiales.

- Agua destilada.
- Óxido de grafeno *multilayer* al 95% de pureza.
- Bentonita.
- Óxido de Arsénico (III) As_2O_3 .
- Solución de Ácido Clorhídrico (HCl) 1.0 N.

3.2.4. Instrumentos de recolección de datos.

- Cuaderno de registro de datos.
- Hoja de cálculo (Excel).

3.3. Técnicas

- Analíticas de caracterización de materiales como FTIR.
- Espectroscopia de Absorción atómica.

3.4. Variables de Estudio

3.4.1. Variable independiente.

- Material compuesto Bentonita-GO

3.4.2. Variable dependiente.

- Arsénico.

3.4.3. Operacionalización de variables.

Tabla 2.
Operacionalización de Variables

Variable	Dimensiones	Indicadores	Técnica
V.I. Material Compuesto Bentonita-GO.	Composición Caracterización	% p/p Grupos funcionales	FTIR.
V.D. Arsénico.	Concentración	ppm	Espectroscopía de absorción atómica.

Nota. Elaboración propia.

3.5. Diseño Experimental

Para verificar la capacidad de adsorción del material compuesto se realizó un análisis de varianza para un diseño factorial y tres niveles con tres repeticiones por tratamiento, con un nivel de significancia de 0.05.

Tabla 3.
Diseño Experimental

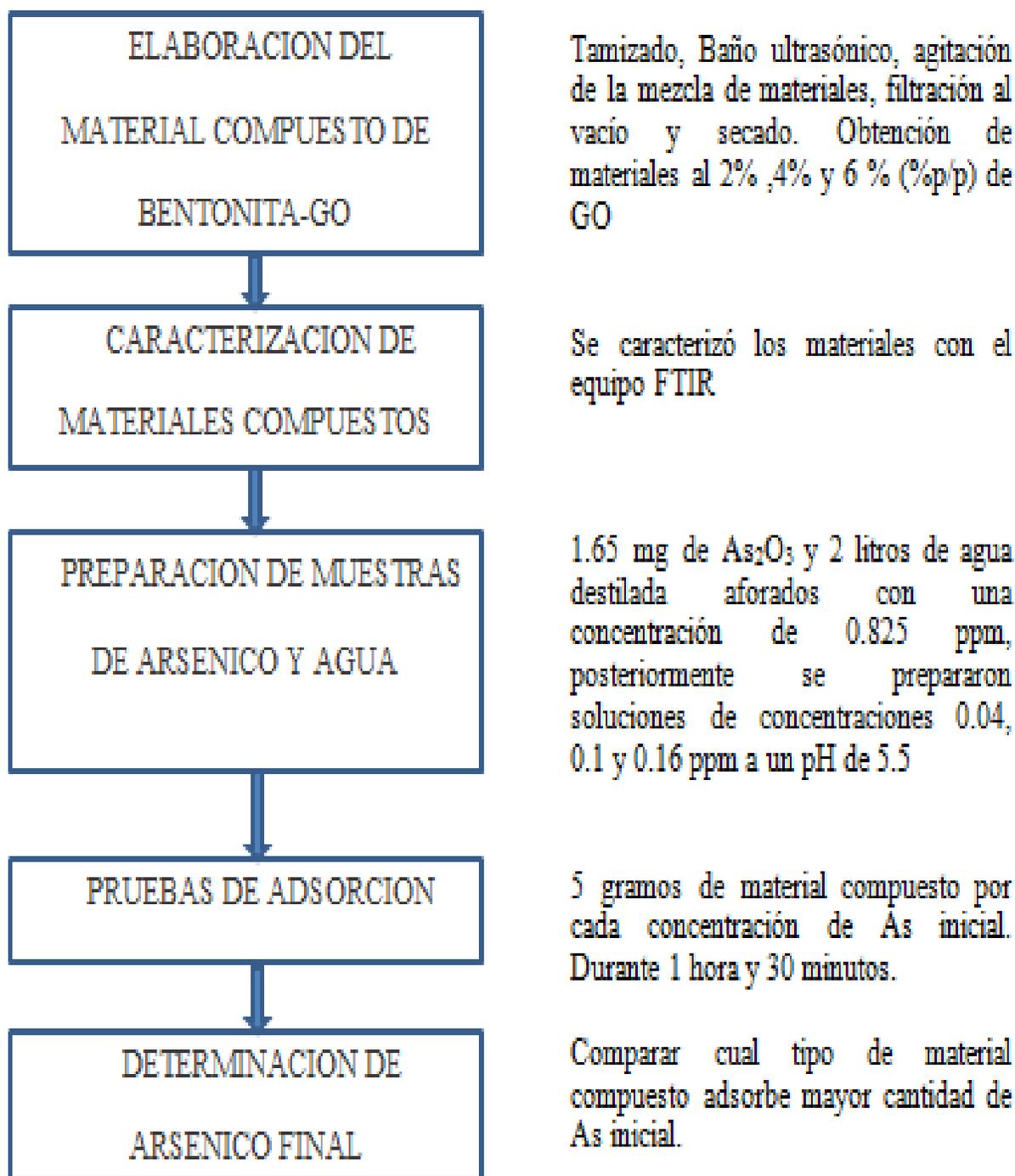
N° ensayos	[As]	M1	M2	M3
1	[As]	C1M1	C1M2	C1M3
2	[As]	C2M1	C2M2	C2M3
3	[As]	C3M1	C3M2	C3M3

Nota. Elaboración propia.

Dónde: [As] = Concentración inicial de arsénico.

M = Material compuesto de concentración (%p/p) en GO al 2%, 4% y 6%

3.6. Procedimiento



Esquema 1. Procedimiento de elaboración de material compuesto y posterior prueba de adsorción para determinación de Arsénico final. Nota. Elaboración propia.

3.6.1. Materia prima.

3.6.1.1. Obtención de Bentonita.

En el presente trabajo se utilizó bentonita, cuyo contenido principalmente consiste de dióxido de silicio, seguido por óxido de aluminio entre otros elementos en menor cantidad como hierro, potasio, sodio y manganeso, presentando una estructura por arreglos tetraédricos de sílice y octaédricos de alúmina unidos covalentemente en relación Si:Al (2:1), originando una superficie polianiónica. (Moreno, Gonzáles, Sotomayor, & Benavente, 2006). Para la reducción de tamaño de la bentonita se “molió” en con un mortero. Luego se redujo el tamaño clasificándola en el tamiz ASTM de 425 μm (numero 40).

3.6.1.2. Adquisición de Óxido de Grafeno

En el presente trabajo se utilizó óxido de grafeno *multilayer*, proveniente de China proporcionado por la empresa “Zonecare bio-medical electronics co”, dicha medida se optó dado por costos operativos y tiempo, además de obtener una pureza del 95 % de dicho material, ideal para la realización de la tesis.

3.6.2. Elaboración del material compuesto Bentonita-GO.

En el proceso de formación del material compuesto para la bentonita con el GO se prepararon 3 concentraciones del material compuesto al 2% ,4% y 6 % (%p/p) de GO, lo cual esta descrito en el siguiente Esquema:

PASO 1

Disolución de GO en agua destilada



Baño ultrasonico de GO

PASO 2

Mezcla de Bentonita y GO con posterior agitación

PASO 3

Filtración al vacío para separación de fases

PASO 4

Secado y obtención de material compuesto Bentonita-GO

Esquema 2. Elaboración del material compuesto Bentonita-GO. 1) Dispersión del Óxido de Grafeno en agua destilada, acompañada de posterior dispersión en baño ultrasónico por 10 minutos. 2) Mezcla de Bentonita con Óxido de Grafeno dispersado con posterior agitación por 02 horas. 3) Filtración al vacío para separar fase sólido-líquido. 4) Secado a 60 °C por 04 horas y obtención de material compuesto Bentonita-GO.

3.6.3. Caracterización del material compuesto Bentonita-GO.

El material compuesto Bentonita-GO con concentraciones de 2%, 4% y 6% (%p/p) en óxido de grafeno fue caracterizado por espectroscopia de transmisión de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), este proceso se llevó a cabo según se muestra en el siguiente Esquema:

PASO 1



Acondicionamiento de muestras

PASO 2



Caracterización de muestras en Equipo Thermo Fisher Nicolet iS50 FT-IR - UPAO

Esquema 3. Se muestra proceso de caracterización de muestras: 1) Acondicionamiento de muestras en tubos de centrifuga de 1 mL., las muestras fueron de Bentonita, Óxido de Grafeno, y de material compuesto Bentonita-GO en concentraciones de 02%, 04% y 06% (%p/p) con respecto al óxido de grafeno. 2) Caracterización de las 05 muestras en el equipo de espectroscopia de transmisión de infrarrojo con transformada de Fourier Thermo Fisher Nicolet iS50 FT-IR, perteneciente a Laboratorio de Investigación Multidisciplinaria (LABINM) en la UPAO.

3.6.4. Preparación de solución de Arsénico.

3.6.4.1. Solución stock de Arsénico.

Se preparó la solución stock de Arsénico de 0.825 ppm, según se describe en el siguiente Esquema:

PASO 1



PASO 2



Pesaje de 0.00165 gramos de Arsénico Disolución de Arsénico en 02 L de agua

Esquema 4. Muestra el proceso preparación de la solución stock de Arsénico, lo cual se llevó a cabo a través de los siguientes pasos: 1) Pesaje de Arsénico en una cantidad de 0.00165 ± 0.00001 , 2) Disolución del Arsénico en dos (02) litros de agua destilada, obteniendo una solución Stock de Arsénico de 0.825 ppm.

3.6.4.2. Solución estándar de Arsénico.

Se prepararon 3 soluciones estándar para la investigación:

- La primera con una concentración de 0.04 ppm, para lo cual se tomó una alícuota de la solución stock (267.7 mL) y fue aforada en 5.5.L.
- La segunda con una concentración de 0.1 ppm, para lo cual se tomó una alícuota de la solución stock (666.7 mL) y fue aforada en 5.5 L.
- Finalmente, la tercera con una concentración de 0.16 ppm, para lo cual se tomó una alícuota de (1066.7 mL) y fue aforada en 5.5. L.

3.6.5. Pruebas de Adsorción.

El proceso de las pruebas de adsorción se describe en el siguiente Esquema:

PASO 1



PASO 2



PASO 3



PASO 4



PASO 5



PASO 6



Esquema 5. Muestra el proceso de las pruebas de adsorción, el cual se llevó a cabo a través de los siguientes pasos: 1) Pesaje del material compuesto hasta una cantidad de cinco (05) gramos, 2) Medición de 500 mL. de solución de Arsénico en concentraciones de 0.04, 0.1 y 0.16 ppm y posterior disolución del material compuesto, 3) Ajuste de pH de la solución a 5.5, 4) Agitación durante 01 hora y 30 minutos de mezcla conteniendo dispersos el material compuesto y el arsénico, 5) Filtración al vacío para separación de fases sólido – líquido, 6) Almacenamiento de la fase líquida conteniendo el Arsénico final en depósitos opacos de 500 mL. de volumen.

3.6.6. Determinación de Arsénico en muestras finales.

La determinación del Arsénico en muestras finales se llevó a cabo a través del Espectrofotómetro de absorción atómica modelo PinAAcle 900T, marca PerkinElmer, el cual se encuentra dentro de las instalaciones del laboratorio de control de calidad de la Empresa Prestadora de Servicio de Saneamiento de Lambayeque (EPSEL).

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Resultados

4.1.1. Caracterización de materiales.

4.1.1.1. Caracterización de la Bentonita.

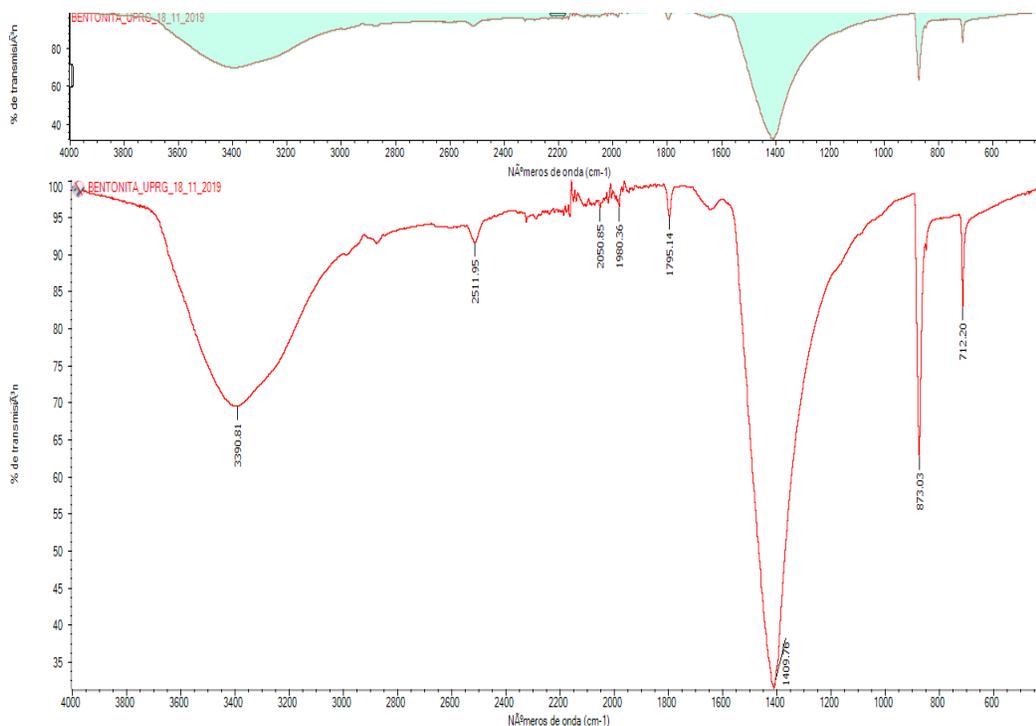


Figura 6. Espectro FTIR de la Bentonita.

En la Figura Nro. 6, el pico que se encuentra alrededor de 873 cm^{-1} confirma la presencia de enlaces Si-O-Si, es decir se evidencia la presencia de silicatos, los cuales son característicos de la Bentonita. Asimismo, se evidencia otro pico alrededor de 1400 cm^{-1} lo cual confirma la presencia de enlaces Si-O. Finalmente se evidencia otro pico alrededor de 3400 cm^{-1} , lo cual se debe principalmente a dos motivos: los grupos hidroxilo unidos en la superficie debido a la presencia de agua adsorbida por la bentonita, y a la presencia de grupos silanol Si-O-H.

4.1.1.2. Caracterización del Óxido de Grafeno.

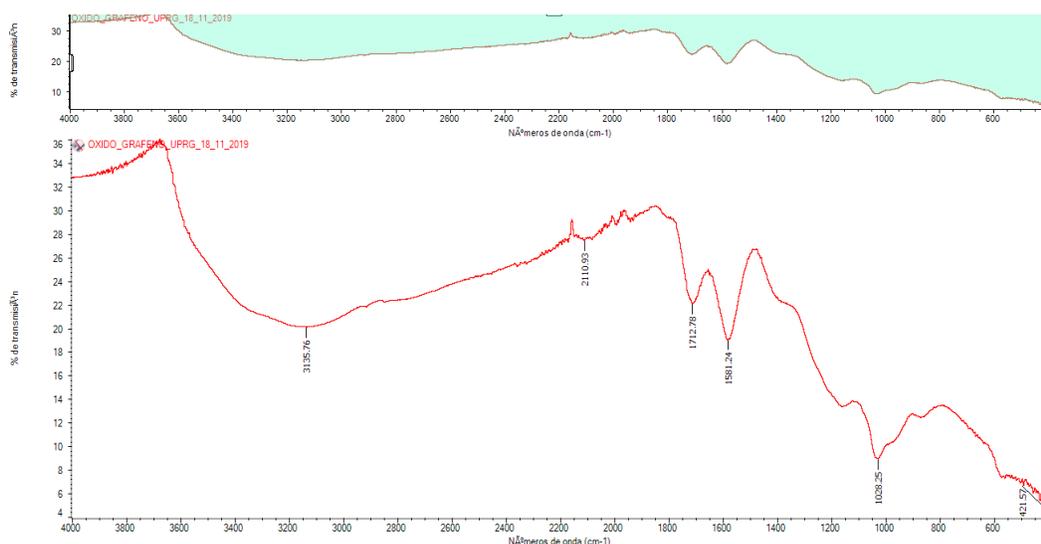


Figura 7. Espectro FTIR del Óxido de Grafeno.

En la Figura Nro. 7, el pico alrededor de 3100 cm^{-1} evidencia la presencia de grupos carboxilo e hidroxilo; asimismo, el pico alrededor de 1700 cm^{-1} indica la presencia de enlaces carbonilo $\text{C}=\text{O}$, vemos también un pico próximo a 1600 cm^{-1} lo cual es característico del enlace $\text{C}=\text{C}$.

4.1.1.3. Caracterización del material compuesto Bentonita-GO al 2% p/p con respecto al GO.

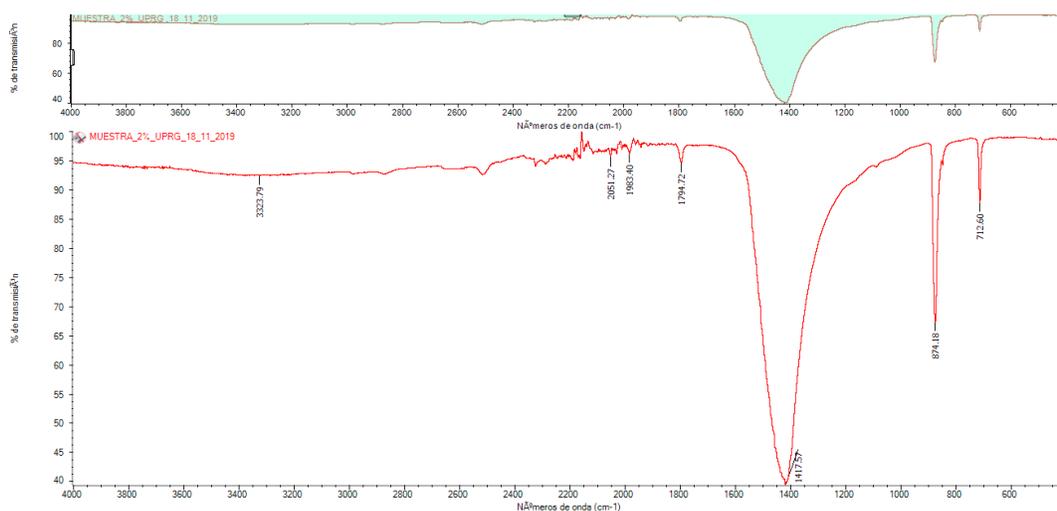


Figura 8. Espectro FTIR del material compuesto Bentonita-GO al 2% p/p con respecto a GO.

En la Figura Nro. 8, se muestra el espectro FTIR del material compuesto Bentonita-GO al 2% p/p con respecto al GO, a través del cual se evidencia principalmente la presencia de enlaces Si-O toda vez que existe un pico alrededor de 1400 cm^{-1} . Se verifica también la presencia de grupos hidroxilo, pero en una menor proporción alrededor de 3300 cm^{-1} .

4.1.1.4. Caracterización del material compuesto Bentonita-GO al 4% p/p con respecto al GO.

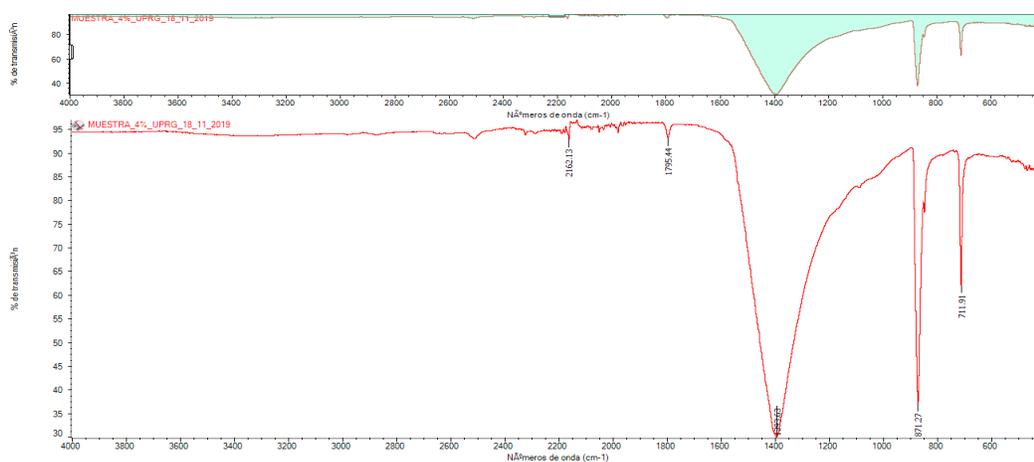


Figura 9. Espectro FTIR del material compuesto Bentonita-GO al 4% p/p con respecto a GO.

En la Figura Nro. 9, se muestra el espectro FTIR del material compuesto Bentonita-GO al 4% p/p con respecto al GO, nuevamente, se evidencia la presencia de enlaces Si-O característicos de un alto contenido de Bentonita, toda vez que existe un pico alrededor de 1400 cm^{-1} . Asimismo, se verifica una ausencia mayor de grupos hidroxilo, y un pico más pronuncia alrededor de 1700 cm^{-1} , lo cual es una señal de formación de grupos ésteres producto de la reacción entre los grupos silanoles, presentes en la Bentonita y los grupos carboxílicos presentes en el Óxido de Grafeno, de acuerdo con la siguiente reacción:



4.1.1.5. Caracterización del material compuesto Bentonita-GO al 6% p/p con respecto al GO.

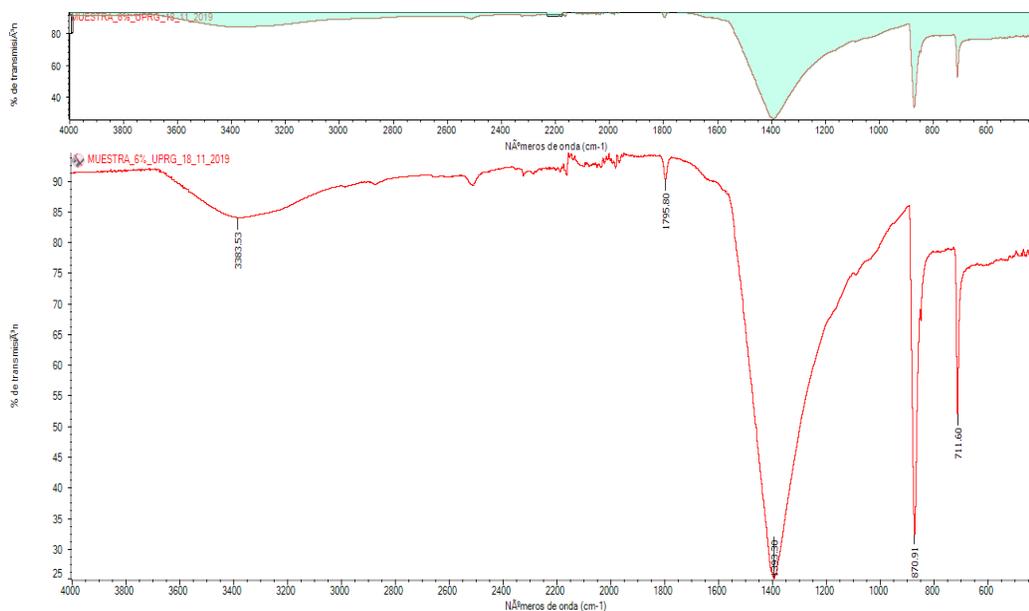


Figura 10. Espectro FTIR del material compuesto Bentonita-GO al 6% p/p con respecto a GO.

En la Figura Nro. 10, se muestra el espectro FTIR del material compuesto Bentonita-GO al 6% p/p con respecto al GO, consecuentemente, este material, al poseer una mayor concentración de óxido de grafeno, produce un pico más notorio alrededor de $3\ 400\ \text{cm}^{-1}$, indicando la presencia de grupos hidroxilo O-H. También se aprecia otro pico alrededor de $1\ 400\ \text{cm}^{-1}$ lo cual es característico del enlace Si-O propio de la Bentonita. Finalmente se evidencia un pico aún mayor alrededor $1700\ \text{cm}^{-1}$, lo que correspondería a la unión covalente entre la Bentonita, a través de sus grupos silanoles, con el óxido de grafeno, a través de sus grupos carboxílicos; resultando en una mayor estabilidad del material compuesto así formado.

4.1.2. Determinación de Arsénico presente en muestras finales.

Las 27 muestras analizadas, en la entidad prestadora de servicios de saneamiento de Lambayeque (EPSEL), aplicando la técnica de absorción atómica reportó los siguientes resultados. Ver Anexo 7.1

Tabla 4.

Resultados de pruebas de adsorción de Arsénico utilizando el material compuesto Bentonita-GO a diferentes concentraciones.

Muestra	H ₂ O con arsénico (ml)	Material Compuesto %p/p de GO	[As] _{inicial} (ppm)	[As] _{final} (ppm)	Adsorción (ppm)	Adsorción en %
1	500			0.002	0.03800	95.000
2	500		0.04	0.002	0.03800	95.000
3	500			0.002	0.03800	95.000
4	500			0.001	0.09900	99.000
5	500	2%	0.1	0.001	0.09900	99.000
6	500			0.001	0.09900	99.000
7	500			0.003	0.15700	98.125
8	500		0.16	0.003	0.15700	98.125
9	500			0.002	0.15800	98.750
10	500			0.001	0.03900	97.500
11	500		0.04	0.001	0.03900	97.500
12	500			0.002	0.03800	95.000
13	500			0.002	0.09800	98.000
14	500	4%	0.1	0.002	0.09800	98.000
15	500			0.002	0.09800	98.000
16	500			0.003	0.15700	98.125
17	500		0.16	0.003	0.15700	98.125
18	500			0.003	0.15700	98.125
19	500			0	0.04000	100
20	500		0.04	0.001	0.03900	97.500
21	500			0.003	0.03700	92.500
22	500			0.001	0.09900	99.000
23	500	6%	0.1	0.001	0.09900	99.000
24	500			0.001	0.09900	99.000
25	500			0.006	0.15400	96.250
26	500		0.16	0.005	0.15500	96.875
27	500			0.005	0.15500	96.875

Fuente: Elaboración propia.

4.1.2.1. Capacidad de adsorción de Arsénico evaluando la concentración inicial de Arsénico y la concentración de GO en el material compuesto B-GO.

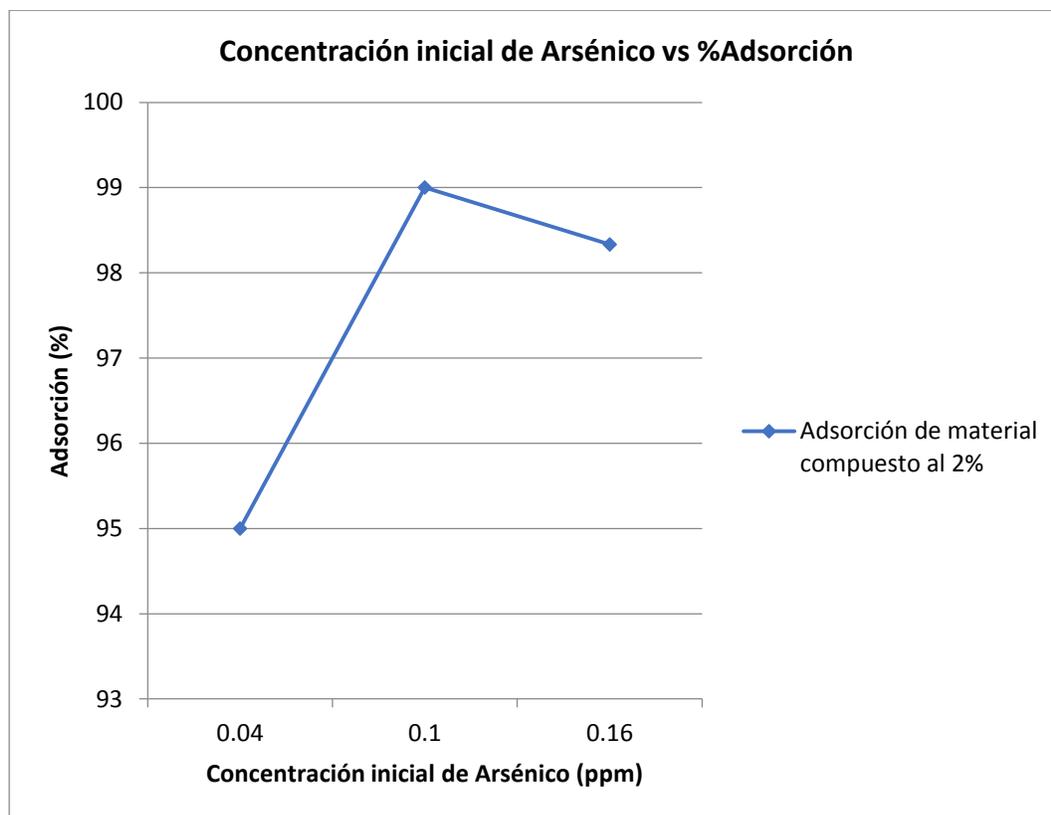


Figura 11. % Adsorción de Arsénico vs Concentración inicial de Arsénico - Material compuesto Bentonita-GO al 2% p/p de GO.

En la Figura Nro. 11, se evalúa la capacidad de adsorción del material compuesto B-GO de concentración al 2% p/p en GO, se verifica experimentalmente que para las muestras con Arsénico que cuentan con una concentración inicial de hasta 0.1 ppm de este metal (es decir a bajas concentraciones), hay un carácter creciente en la capacidad de adsorción por parte del material B-GO; sin embargo, para la muestra con Arsénico de una concentración inicial de 0.16 ppm, se evidencia una ligera disminución en la capacidad de adsorción de nuestro material compuesto.

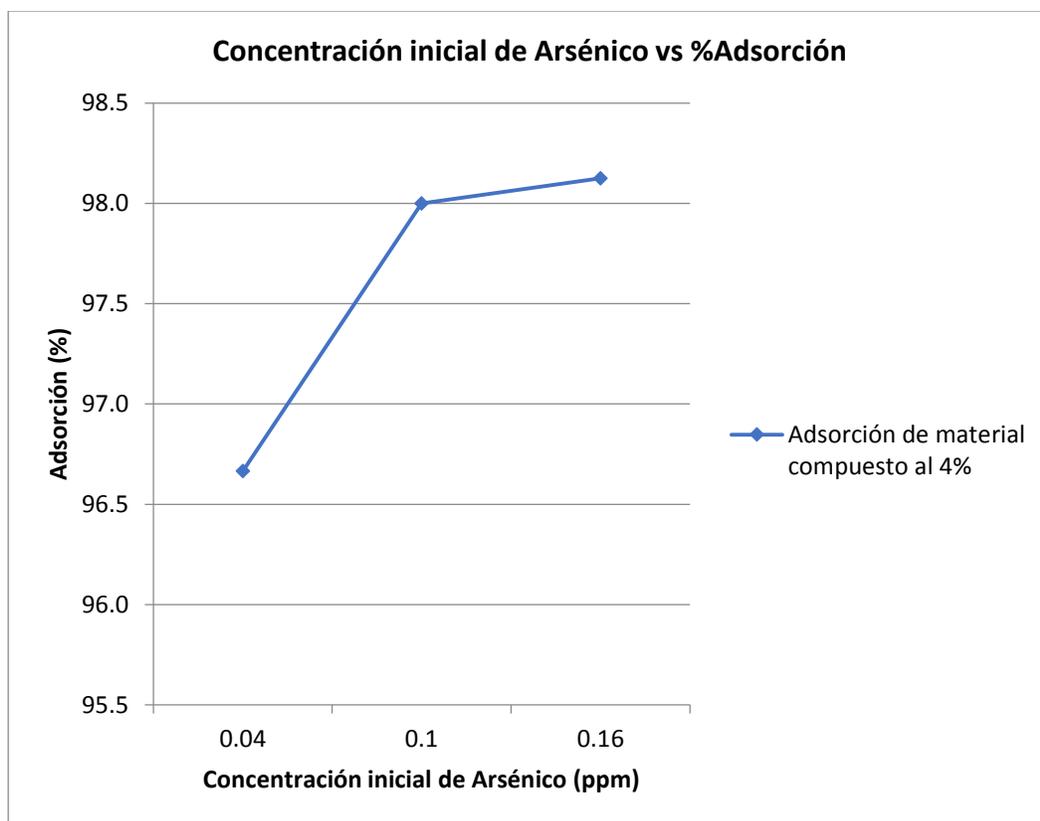


Figura 12. % Adsorción de Arsénico vs Concentración inicial de Arsénico - Material compuesto Bentonita-GO al 4% p/p de GO.

En la Figura Nro. 12 se evalúa la capacidad de adsorción del material compuesto B-GO de concentración al 4% p/p en GO. Se verifica que la capacidad de adsorción se caracteriza por tener un comportamiento creciente conforme se aumenta la concentración inicial de las muestras con Arsénico.

En la Figura Nro. 13, se evalúa la capacidad de adsorción del material compuesto B-GO de concentración al 6% p/p en GO, se verifica experimentalmente que para las muestras con Arsénico que cuentan con una concentración inicial de hasta 0.1 ppm de este metal (es decir a bajas concentraciones), hay un carácter creciente en la capacidad de adsorción por parte del material B-GO; sin embargo, para la muestra con Arsénico de una concentración inicial de 0.16 ppm, se evidencia una caída en la capacidad de adsorción de nuestro material compuesto.

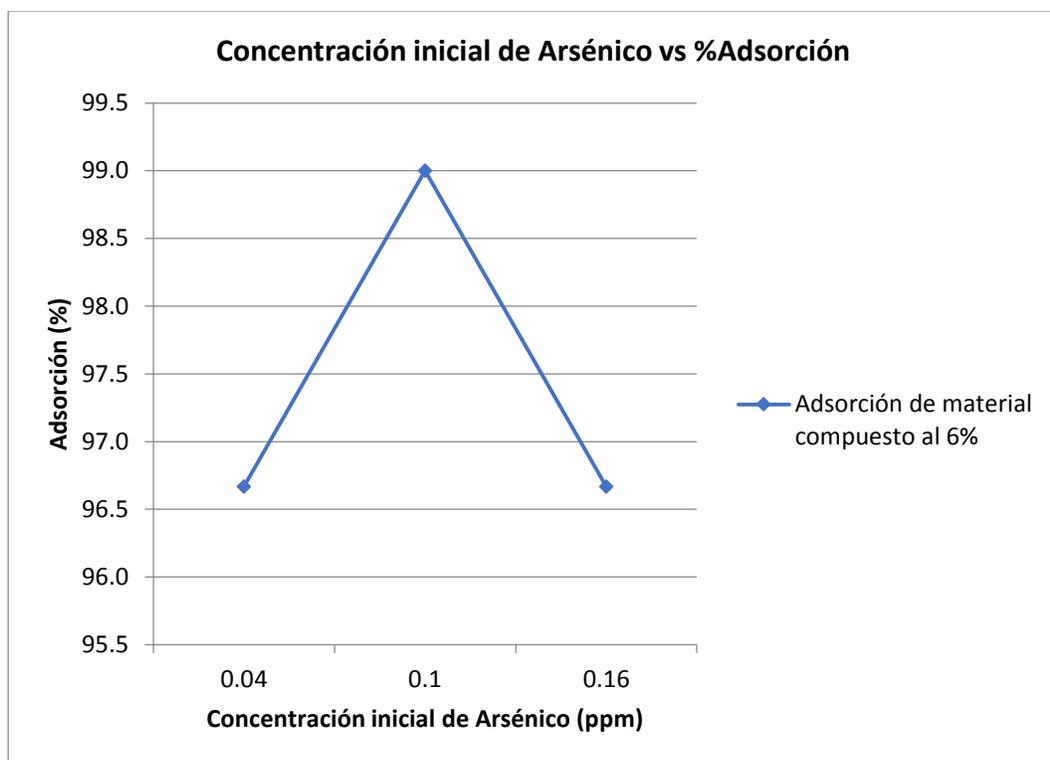


Figura 13. % Adsorción de Arsénico vs Concentración inicial de Arsénico - Material compuesto Bentonita-GO al 6% p/p de GO.

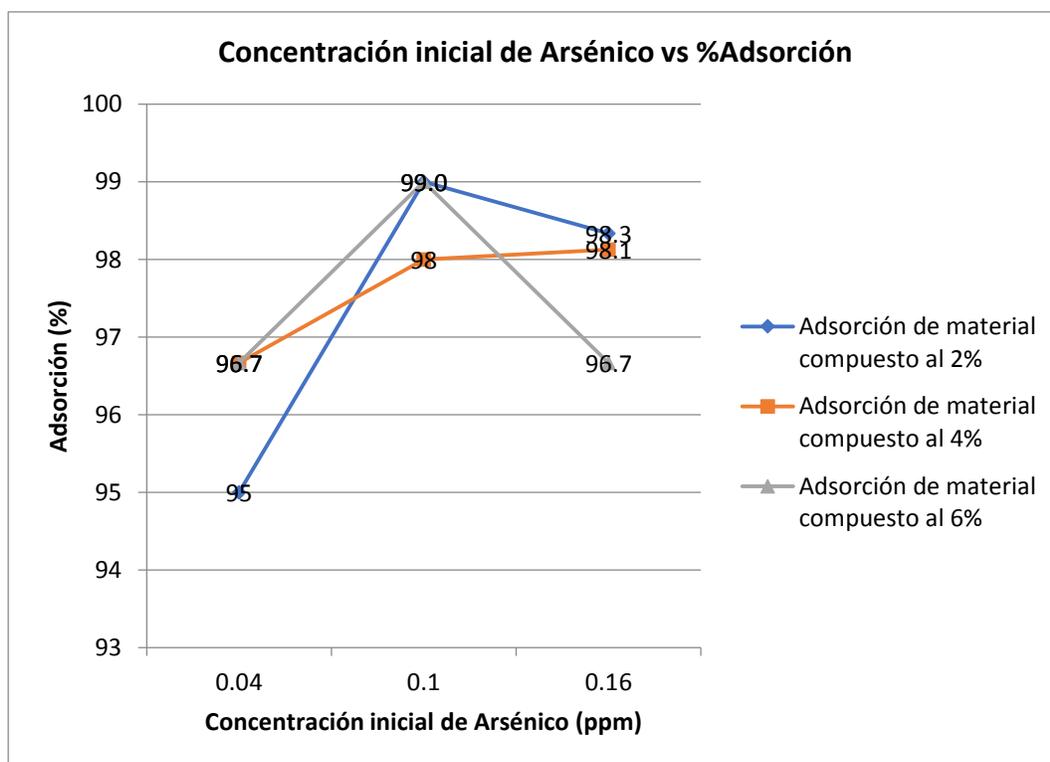


Figura 14. % Adsorción de Arsénico vs Concentración inicial de Arsénico - Material compuesto Bentonita-GO al 2%, 4% y 6% p/p de GO.

En la Figura Nro. 14, se muestra la comparación de la capacidad de adsorción de Arsénico por parte de los diferentes materiales compuestos Bentonita-GO. Se verifica que los materiales compuestos de concentración 2% y 6% p/p en GO demuestran una alta capacidad de adsorción en muestras con concentraciones iniciales de Arsénico bajas; mientras que el material compuesto al 4% p/p en GO, exhibe una capacidad de adsorción creciente conforme va aumentando la concentración inicial de Arsénico en las muestras.

4.1.2.2. Análisis de la varianza

Con el fin de verificar el nivel de significancia de la concentración inicial de Arsénico en las muestras y la concentración en %p/p de óxido de grafeno en el material compuesto Bentonita-GO, tanto de manera individual y combinada, sobre la capacidad de adsorción exhibida por el material compuesto en mención, hemos realizado el análisis de varianza, considerando como hipótesis nula e hipótesis alterna:

$$\text{Ho:} \quad \alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3$$

$$\beta_1 = \beta_2 = \beta_3$$

$$\mu_1 = \mu_2 = \mu_3 = \mu_4 = \mu_5 = \mu_6 = \mu_7 = \mu_8 = \mu_9$$

$$\text{H1:} \quad \alpha_i \neq \alpha_j$$

$$\beta_i \neq \beta_j$$

$$\mu_i \neq \mu_j$$

Dónde:

α_i = Efecto de la concentración inicial de Arsénico en la muestra “i”.

β_i = Efecto de la concentración (%p/p) de GO en el material compuesto B-GO.

μ_{ij} = Efecto de la interacción de la i-ésima concentración inicial de Arsénico con la j-ésima concentración (%p/p) de óxido de grafeno en el material compuesto Bentonita – GO.

Para ellos, utilizamos el programa Statgraphics vs. 18, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 5.

Análisis de Varianza para ADSORCIÓN - Suma de Cuadrados Tipo III

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
EFFECTOS PRINCIPALES					
α : Concentración inicial de Arsénico en muestras	0.00300012	2	0.00150006	7.98	0.0033
β : Concentración (%p/p) de GO en material compuesto Bentonita-GO.	0.000014004	2	0.00000700 231	0.04	0.9635
INTERACCIONES					
AB (μ)	0.00123634	4	0.00030908	1.64	0.2069
RESIDUOS	0.00338542	18	0.00018807		
TOTAL (CORREGIDO)	0.00763588	26			

Fuente: Elaboración propia

En la Tabla Nro. 5, se verifica que el efecto ejercido, por la concentración inicial de Arsénico en la muestra, sobre la capacidad de adsorción del material compuesto Bentonita-GO, es significativo, toda vez que el error tipo I o p-valor es menor a 0.05; no ocurriendo así para el efecto ejercido por la concentración (%p/p) de GO en el material compuesto B-GO ni para la interacción entre estos dos parámetros. Cabe mencionar que utilizamos un nivel de confianza al 95%.

4.1.2.3. Análisis de múltiples rangos

De acuerdo con los resultados obtenidos en nuestro análisis de varianza, en los que se determina que la concentración inicial de Arsénico es significativa sobre la capacidad de adsorción presentada por el material compuesto, procederemos ahora a aplicar el análisis de múltiples rangos para determinar qué medias son significativamente diferentes de otras, para ello se utilizó el programa Statgraphics vs. 18, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 6.
Pruebas de Múltiple Rangos para determinar diferencias significativas
Método: 95.0 porcentaje LSD

<i>Concentración inicial de Arsénico</i>	<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>
0.04	9	0.961111	0.00457139
0.16	9	0.977083	0.00457139
0.1	9	0.986667	0.00457139

<i>Concentración inicial de Arsénico</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
0.04	X
0.16	X
0.1	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
0.04 - 0.1	*	-0.0255556	0.0135823
0.04 - 0.16	*	-0.0159722	0.0135823
0.1 - 0.16		0.00958333	0.0135823

* indica una diferencia significativa.

Fuente: Elaboración propia

El asterisco que se encuentra al lado de los 2 pares indica que estos pares muestran diferencias estadísticamente significativas con un nivel del 95.0% de confianza. Asimismo, se han identificado 2 grupos homogéneos los cuales corresponden a las concentraciones iniciales de 0.1 y 0.16 ppm, por lo que no existen diferencias estadísticamente significativas entre estos parámetros.

Los resultados de la prueba de rangos múltiples se encuentran graficados en la Figura Nro. 15, en la que se puede evidenciar que existen diferencias significativas al comparar los efectos producidos por una concentración inicial de 0.04 ppm con los efectos producidos por una concentración inicial de 0.1 y 0.16 ppm; no ocurriendo así cuando comparamos los efectos producidos entre estas dos últimas concentraciones.

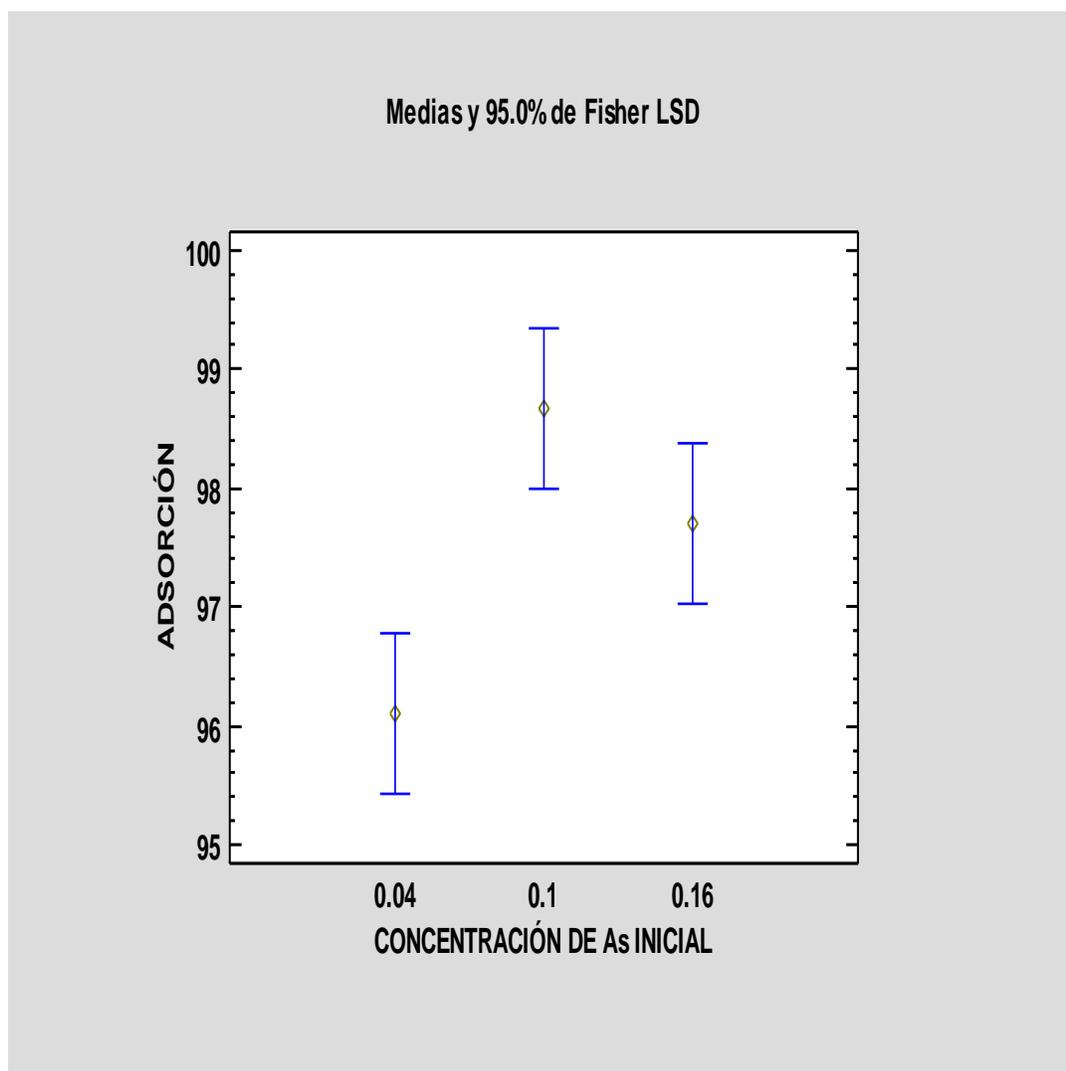


Figura 15. Análisis por rangos múltiples para determinar diferencias significativas entre las diferentes concentraciones iniciales de Arsénico.

4.2. Discusión de Resultados

- A partir de los hallazgos encontrados, podemos verificar que el material compuesto, formado a partir de bentonita y óxido de grafeno, remueve de manera significativa el arsénico en agua contaminada, toda vez que el porcentaje de remoción de Arsénico supera el 95% para todas las pruebas realizadas.
- Estos resultados guardan relación con lo que sostiene Poma (2017), quienes señalan que los nanomateriales representan una buena alternativa para el tratamiento de aguas; asimismo, guardan también una relación en el sentido que se verifica que la concentración inicial del metal contaminante tiene efectos sobre la capacidad de adsorción ejercida por el material compuesto.
- La relación de adsorción de Arsénico en el presente trabajo va acorde a Singh A. (2017) quien indica que el GO tiene una excelente capacidad de descontaminación de iones Arsénico, donde muestra una adsorción de 90% de As y en el presente trabajo muestra una adsorción de 95% a 99% de As, el cual se reforzó con bentonita para mejorar su capacidad de adsorción.
- En la investigación realizada por Duarte, O. (2016) utilizando oxido de grafeno a diferentes pH demostró una adsorción de Arsénico (III) mayor a pH 3 sin embargo en la presente investigación se trabajó a pH constante de 5.5 lo cual obtuvimos una adsorción que oscila entre 95% al 99%.

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones

- Se estableció una formulación adecuada para la preparación del material compuesto a base de Bentonita y Óxido de Grafeno, la cual consistió en un porcentaje en peso de Óxido de Grafeno al 2%, 4% y 6% con un porcentaje en peso de Bentonita al 98%, 96% y 94% respectivamente.
- Se preparó una solución madre de Arsénico con una concentración de 0.825 ppm, a partir de la cual, mediante diluciones, se obtuvieron las soluciones de Arsénico con concentraciones de 0.04, 0.1 y 0.16 ppm.
- Se diseñó un proceso adecuado para la preparación del material compuesto, el cual consistió en la dispersión del Óxido de Grafeno mediante baño ultrasónico con posterior agitación magnética durante la cual se agregó la bentonita previamente tamizada. Luego de ello, separamos la fase sólida, correspondiente a nuestro material compuesto, a través de filtración al vacío con posterior secado en horno. Para aplicar el material compuesto en las pruebas de adsorción, se depositó este material a las muestras con Arsénico previamente preparadas, en una tasa de 1 gramo de material compuesto/100 mL. de solución, con posterior agitación mecánica por 2 horas, después de la cual, a través de filtración al vacío se realizó la separación de fases sólido-líquido.
- Con el objetivo de verificar los grupos funcionales presentes en las muestras, se caracterizó el material compuesto Bentonita-GO a través del método de Espectroscopía de Transmisión de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR), detectando la presencia de enlaces Si-O principalmente, una presencia menor de grupos hidroxilo y la presencia de grupos ésteres correspondientes a la unión covalente entre los grupos silanoles, presentes en la Bentonita, con los grupos carboxílicos del óxido de grafeno, lo cual, de manera adicional, brinda mayor estabilidad al material compuesto obtenido.

- La concentración final de Arsénico en las muestras se determinó haciendo uso del método de Absorción Atómica, a través del cual se verificó que la capacidad de adsorción de un material compuesto a base de Bentonita y Óxido de Grafeno para remover Arsénico en agua contaminada es significativa toda vez que se obtuvo un porcentaje de remoción de este metal pesado en un tasa superior al 95%, con las siguientes peculiaridades: En las muestras tratadas con los materiales compuestos al 2% y 6% (p/p) de GO se alcanzó una capacidad de remoción de Arsénico de hasta 99% cuando la concentración inicial de Arsénico no supera el valor de 0.1 ppm; sin embargo, en las muestras tratadas con el material compuesto al 4% (p/p) de GO, se verificó una capacidad de remoción de Arsénico con un patrón creciente para todas las concentraciones iniciales de Arsénico.

5.2. Recomendaciones

- Evaluar otros factores (pH de la solución, temperatura) que intervienen en la adsorción de arsénico.
- Investigar la capacidad de adsorción del material compuesto generado a partir del óxido de grafeno con un soporte distinto a la bentonita.
- Verificar la capacidad de adsorción del material compuesto Bentonita-GO para remover agua contaminada con Arsénico extraída de manera *in-situ*.
- Investigar metodologías para el mecanismo desorción, con el fin de reutilizar el material adsorbente.
- Evaluar la capacidad de adsorción con otros metales pesados como cromo, cadmio, zinc, mercurio, entre otros.

6. REFERENCIAS

- Ahmed Hegazi, H. (2013). Removal of heavy metals from wastewater using agricultural and industrial wastes as adsorbents. *HBRC journal*, 9(3), 276-282.
- Albores, A., Quintanilla, B., Del Razo, L., & Cebrian, M. (1997). Introducción a la Toxicología ambiental del arsénico. *CPEHSPA*, 247-261.
- Alí, I. (2012). New generation adsorbents for water treatment. *Chemical Reviews*, 112(10), 5073-5091. doi:10.1021/cr300133d
- Alí, I. (2018). Microwave assisted economic synthesis of multi walled carbon nanotubes for arsenic species removal in water: Batch and column operations. *Journal of Molecular Liquids*, 271, 677-685. doi:10.1016/j.molliq.2018.09.021
- Alvarez, G., & Veli, L. (2014). *Remocion de arsénico mediante arcilla natural del agua procedente del Manantial de Quero–Jauja*. (tesis de pregrado). Universidad Nacional del centro del Perú, Huancayo, Perú.
- Amparán Ochoa, A. (2007). *Modificación con hierro de carbón activado para remover As en agua*. (Tesis de posgrado). Centro de Investigación en Materiales Avanzados, Chihuahua.
- Balandín, A. (2011). Thermal properties of graphene and nanostructured carbon materials. *Nature Materials*, 10, 569–581.
- Bano, S., Mahmood, A., Kim, S., & Lee, K. (2015). Graphene oxide modified polyamide nanofiltration membrane with improved flux and antifouling properties. *Journal of Materials Chemistry*, 3(5), 2065-2071.

- Barakat, M. (2011). New trends in removing heavy metals from industrial wastewater. *Arabian journal of chemistry*, 4(4), 361-377.
- Bernex, N., & Novoa, Z. (2015). *Aguas y arsénico natural en Perú*. Lima, Perú: Sociedad Geográfica de Lima.
- Bolotin, K., Sikes, K., Jiang, Z., Klima, M., & Fudenberg, J. (2008). Ultrahigh Electron Mobility in Suspended Graphene. *Solid State Communications*, 146(9-10), 351-355. doi:10.1016/j.ssc.2008.02.024
- Bonaccorso, F., Lombardo, A., Hasan, T., Sun, Z., Colombo, L., & Ferrari, A. (2012). Production and processing of graphene and 2d crystals. *Materialstoday*, 15(12), 564-589. doi:10.1016/S1369-7021(13)70014-2
- Brindley, G., & Brown, G. (1980). *Crystal Structures of Minerals and their X-Ray Identification*. Inglaterra: Mineralogical Society.
- Brodie, B. (1859). On the Atomic Weight of Graphite. *Philosophical Transactions of the Royal Society*, 249-259.
- Bundschuh, J., Pérez, A., & Litter, M. (2008). *Distribución del arsénico en las regiones Ibérica e Iberoamericana*. Argentina: CYTED.
- Caviades, R., Muñoz, C., Perdomo, G., Rodríguez, A., & Sandoval, R. (2015). Tratamientos para la remoción de metales pesados metálicos presentes en aguas residuales industriales. *Ingeniería y Región*, 73-90.

Caviades, R., Muñoz, C., Perdomo, G., Rodríguez, A., & Sandoval, R. (2015). Tratamientos para la remoción de metales pesados metálicos presentes en aguas residuales industriales. *Ingeniería y Región*, 73-90.

Caviedes Rubio, D. I., Muñoz Calderón, R. A., Perdomo Gualtero, A., Rodríguez Acosta, D., & Sandoval Rojas, I. J. (2015). Tratamientos para la remoción de metales pesados metálicos presentes en aguas residuales industriales. *Ingeniería y Región*, 73-90.

Chakraborty, D. (2016). Instrumentation of ftir and its herbal applications. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 5(3), 498-505.

Chee, W., Lim, H., Harrison, I., Chong, K., Zinal, Z., Ng, C., & Huang, N. (2015). Performance of flexible and binderless polypyrrole/graphene oxide/zinc oxide supercapacitor electrode in a symmetrical two-electrode configuration. *Electrochimica Acta*, 88-94. doi:10.1016/j.electacta.2015.01.080

Cheng-An, T., Hao, Z., Fang, W., Hui, Z., Xiaorong, Z., & Jianfang, W. (2017). Mechanical properties of graphene oxide/polyvinil alcohol composite film. *Polym. Compos.*, 25(1), 11-16.

Chowdhury, S., & Balasubramanian, R. (2014). Recent advances in the use of graphene-family nanoadsorbents for removal of toxic pollutants from wastewater. *Advances in colloid and interface science*, 204, 35-56. doi:10.1016/j.cis.2013.12.005

Clarke, R., & King, J. (2004). *The Water Atlas*. New York: New Press.

Conagua. (2011). Estadísticas del agua en México. Mexico.

CONICET, R. (2018). *Informe final de Arsénico en Agua*. Buenos Aires: RSA-CONICET.

- Cooper, D., D'Anjou, B., & Ghattanmaneni, N. (2012). Experimental review of graphene. *ISRN Condens. Matter. Physics*, 1-56.
- Corte, L., Rellini, P., Roscini, L., Fatichenti, F., & Cardinali, G. (2010). Development of a novel, FTIR (Fourier transform infrared). *Analytica Chimica Acta*, 659(1-2), 258-265.
- De Oliveira, M. (2009). *Estudio de la modificación de la bentonita para la eliminación de fenol en aguas producidas en la industria petrolera*. (Tesis de maestría). Universidad Federal de Rio Grande do Norte, Natal.
- De Silva, K., Huang, H., Joshi, R., & Yoshimura, M. (2017). Chemical reduction of graphene oxide using green reductants. *Carbon*, 119, 190-199.
- Dereto Supremo N° 031-2010-SA. (24 de septiembre de 2010). Ministerio de Salud. Lima, Perú.
- Derrick, M., Stulik, D., & Landry, J. (1999). *Infrared Spectroscopy in Conservation Science*. Los Angeles: The Getty Conservation Institute.
- Desa, U. (2019). World Population Prospects 2019: Highlights. *United Nations Department for Economic and Social Affairs*.
- Dreyer, D., Park, S., Bielawski, C., & Ruoff, R. (2010). The chemistry of graphene oxide. *Chemical Society Review*, 39(1), 228-240. doi:10.1039/b917103g
- Duarte Urbina, O. J. (2016). *Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción de arsénico en agua con óxido de grafeno*. (tesis de pregrado). Universidad Nacional de Ingeniería, Managua, Nicaragua.
- Elwell, W., & Gidley, J. (2013). Atomic-Absorption Spectrophotometry: International Series of Monographs in Analytical Chemistry. *Elsevier*, 3-5.

- Fu, F., & Wang, Q. (2011). Removal of heavy metal ions from wastewaters: A review. *Journal of Environmental Management*, 92(3), 407-418. doi:10.1016/j.jenvman.2010.11.011
- Ganham, G. (2000). *Química Inorgánica Descriptiva*. México: Pearson Prentice Hall.
- Glave, M., & Kuramoto, J. (2002). *Minería, minerales y desarrollo sustentable en Perú*. Perú: CIPMA.
- Gómez-Navarro, C., Burghard, M., & Kern, K. (2008). Elastic properties of chemically derived single graphene sheets. *Nano Lett*, 8(7), 2045-2049. doi:10.1021/nl801384y
- Guggenheim, S., & Martin, R. (1995). Definition of clay and clay mineral: joint report of the AIPEA nomenclature and CMS nomenclature committees. *Clays and clay minerals*, 43(2), 255-256.
- Hevia, R. (Junio de 2007). Bentonitas, propiedades y usos industriales. *Instituto Nacional de Tecnología Industrial- SEGEMAR*, 7-33.
- Hevia, R. (Junio de 2007). Bentonitas, propiedades y usos industriales. *Instituto Nacional de Tecnología Industrial- SEGEMAR*, 7-33.
- Hu, M., & Mi, B. (2013). Enabling graphene oxide nanosheets as water separation membranes. *Environmental Science & Technology*, 47(8), 3715-3723. doi:10.1021/es400571g
- Hummers, W., & Offeman, R. (1958). Preparation of graphitic oxide. *Journal of American Chemical Society*, 1339.
- Instituto Nacional de Estadística e Informática. (2018). *Indicador de Población Proyectada*. Obtenido de <https://www.inei.gob.pe/media/MenuRecursivo/noticias/nota-de-prensa-no-108-2018-inei.pdf>

- International Agency for Research on Cancer. (1990). *IARC monographs on the evaluation of carcinogenic risks to humans: Chromium, nickel and welding*. Lyon, Francia: IARC Scientific Publications.
- Jaramillo Páez, C. A., & Taborda Ocampo, G. (2006). La fotocatalisis: Aspectos fundamentales para una buena remoción de contaminantes. *Revista Universidad de Caldas*, 7, 71-88.
- Largo, D., & Villamarin, K. (2013). *Caracterización y activación química de arcilla tipo bentonita para su evaluación en la efectividad de remoción de fenoles presentes en aguas residuales*. (Tesis de pregrado). Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira, Colombia.
- Leal Ascencio, M. T. (2005). *Tecnologías convencionales de tratamiento de agua y sus limitaciones*. La Plata: Solar Safe Water.
- Lee, C., Wei, X., Kysar, J., & Hone, J. (2008). Measurement of the Elastic Properties and Intrinsic Strength of Monolayer Graphene. *Science*, 321, 385-388. doi:10.1126/science.1157996
- Li, X., Zhu, Y., Cai, W., Borysiak, M., Han, D., Chen, D., . . . Ruoff, R. (2009). Transfer of large-area graphene films for high-performance transparent conductive electrodes. *Nano Lett*, 4359-4363. doi:10.1021/nl902623y
- Litter, M., Armienta, M., & Farías, S. (2009). Metodologías analíticas para la determinación y especiación de arsénico en aguas y suelos. *IBEROARSEN*, 44-85.
- Liu, S., Li, Z., Wang, C., & Jiao, A. (2013). Enhancing both removal efficiency and permeate flux by potassium sodium tartrate (PST) in a nanofiltration process for the treatment of wastewater containing cadmium and zinc. *Separation and Purification Technology*, 116,131-136.

- Lucas Rosales, J. J., & Romero Damas, L. R. (2015). *Determinación del pH y tamaño de partícula óptimos para la remoción de arsénico con dolomita del agua potable de Jauja Metropolitana*. (tesis de pregrado). Universidad Nacional del Centro del Perú, Huancayo.
- Ma, M., Guo, L., Anderson, D., & Langer, R. (2013). Bio-inspired polymer composite actuator and generator driven by water gradients. *Science*, 339(6116), 186-189. doi:10.1126/science.1230262
- Mar, K., Karnawati, D., Putra, D., Igarashi, T., & Tabelin, C. (2013). Comparison of Arsenic Adsorption on Lignite, Bentonite, Shale, and Iron Sand from Indonesia. *Procedia Earth and Planetary Science*, 6, 242-250.
- Marcano, D., Kosynkin, D., Berlin, J., Sinitskii, A., Sun, Z., Slesarev, A., . . . Tour, J. (2010). Improved Synthesis of Graphene Oxide. *ACS Nano*, 4806-4814.
- Marchetti, V., Clément, A., Gérardin, P., & Loubinoux, B. (2000). Synthesis and use of esterified sawdusts bearing carboxyl group for removal of cadmium(II) from water. *Wood Science and Technology*, 34(2), 167-173. doi:10.1007/s002260000040
- Martínez, S. (2017). *Evaluación sobre el uso de arcillas para la adsorción de colorantes utilizados en la industria textil*. (Tesis doctoral). Universidad Nacional de la Plata, La Plata, Argentina.
- Millones, A., & Fiestas, M. (2019). *Influencia de la concentración y el tiempo de contacto del carbón activado de cáscara de coco en la remoción de arsénico de aguas subterráneas de Mórrope*. (Tesis de Pregrado). Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo, Lambayeque, Perú.

- MINAM. (7 de junio de 2017). *Ministerio del Ambiente (MINAM)*. Obtenido de <http://www.minam.gob.pe/disposiciones/decreto-supremo-n-004-2017-minam/>
- Morante, G. (2002). Electrocoagulación de Aguas. *Revista Colombiana de Física*, 34 (2), 484-487.
- Moreno, M., Gonzáles, G., Sotomayor, C., & Benavente, E. (2006). *Bentonita modificada por intercalación de surfactantes neutros y catiónicos*. (Tesis de pregrado). Universidad Tecnológica Metropolitana, Chile.
- Naciones Unidas. (2019). *Informe Mundial de Naciones Unidas sobre el Desarrollo de los Recursos Hídricos 2019: No dejar a nadie atrás*. Obtenido de <https://unesdoc.unesco.org/ark:/48223/pf0000367304.locale=fr>
- Niyogi, S., Bekyarova, E., Itkis, M., McWilliams, J., Hamon, M., & Haddon, R. (2006). Solution properties of graphite and graphene. *Journal of the American Chemical Society*, 128(24), 7720-7721.
- Oscoco, F. (2014). *Estudio físico-químico de nanopartículas de TiO₂, TiO₂-Fe y TiO₂ impregnadas en carbón activado para la remoción de arsénico*. (Tesis de pregrado). Universidad Nacional de Ingeniería, Lima, Perú.
- Pei, S., Zhao, J., Du, J., Ren, W., & Cheng, H. (2010). Direct reduction of graphene oxide films into highly conductive and flexible graphene films by hydrohalic acids. *Carbon*, 48(15), 4466-4474.
- Pérez Mendoza, M. (2000). *Preparación, caracterización y uso de materiales carbonosos como adsorbentes y catalizadores de la síntesis de metilaminas*. (tesis de doctorado). Universidad de Granada., Granada.

- Poma, L. (2017). *Comparación de materiales compuestos a base de óxido de grafeno reducido para remover plomo de efluentes*. (Tesis de Pregrado). Universidad Nacional de Ingeniería, Lima, Perú.
- Ponce Ochoa, E. (2005). *Diseño de un tren de potabilización para una planta generadora de agua embotellada*. (tesis de pregrado). Universidad de las Américas Puebla., Puebla.
- Quiroz, D. M., & Hernández, C. (2015). Grafeno: Estado del arte. (*Tesis de Maestría*). Centro de Investigación en Materiales Avanzados, Nezahualcóyotl, Estado de México.
- Rentería, J., Ramírez, S., Malekpour, H., Alonso, B., Centeno, A., Zurutuza, A., . . . Balandin, A. (2015). Strongly anisotropic thermal conductivity of free-standing reduced graphene oxide films annealed at high temperature. *Advanced Functional Materials*, 25(29), 4664-4672. doi:10.1002/adfm.201501429
- Rodríguez, A. (2016). *Grafeno: Síntesis, propiedades y aplicaciones biomédicas*. (Tesis de pregrado). Universidad Complutense. Obtenido de <http://147.96.70.122/Web/TFG/TFG/Memoria/ALBA%20RODRIGUEZ%20VILLALON.pdf>
- Rodríguez, C. (2012). Obtención de hojas de óxido de grafeno para el desarrollo de nanocompositos poliméricos. (*Tesis de Doctorado*). Universidad Autónoma de Nuevo León, México.
- Rozalén Astudillo , M. (2006). *Mecanismo y velocidad de disolución de la montmorillonita en soluciones de electrolitos inertes. Influencia del pH y la temperatura*. (Tesis doctoral). Universidad de Granada , Granada, España.

- Rozalén, J. L. (2006). *Mecanismo y velocidad de disolución de la montmorillonita en soluciones de electrolitos inertes e influencia del pH y la temperatura*. (Tesis Doctoral). Universidad de Granada, Granada, España.
- Settle, F. (1997). *Handbook of instrumental techniques for analytical chemistry*. New Jersey: Prentice Inc.
- Sherlala, A., Raman, A., & Bello, M. (2017). Adsorption of arsenic from aqueous solution using magnetic graphene oxide. *In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 210, 12- 17.
- Siaka, I. (1998). The application of atomic absorption spectroscopy to the determination of selected trace elements in sediments of the Coxs River Catchment. *The application of atomic absorption spectroscopy to the determination of selected trace elements in sediments of the Coxs River Catchment*. (thesis of master). University of Western Sydney Nepean., Sídney.
- Sikder, M., Tanaka, S., Saito, T., & Kurasaki, M. (2014). Application of zerovalent iron impregnated chitosan-caboxymethyl-bcyclodextrin composite beads as arsenic sorbent. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 2, 370–376.
- Singh, A. (2017). *(Tesis doctoral).Synthesis of graphene oxide for removal of arsenic from water*. Punjab Agricultural University, Ludhiana.
- Singh, A. (2017). *(Tesis doctoral).Synthesis of graphene oxide for removal of arsenic from water*. Punjab Agricultural University, Ludhiana.

- Singh, V., Joung, D., & Zhai, L. (2011). Graphene based materials: Past, present and future. *Prog. Mater Sci*, 1178-271.
- Skoog, D., Holler, F., & Crouch, S. (2001). *Principios de análisis instrumental* (5ta ed.). Madrid, España: McGRAW-HILL.
- Stoller, M., Park, S., Zhu, Y., An, J., & Ruoff, R. (2008). Graphene-based ultracapacitors. *Nano Lett*, 10, 3498-502. doi:10.1021/nl802558y
- Suk, J., Piner, R., An, J., & Ruoff, R. (2010). Mechanical Properties of Monolayer Graphene Oxide. *ACS Nano*, 4(11), 6557-6564. doi:https://doi.org/10.1021/nn101781v
- SUNASS. (12 de 10 de 2013). *Superintendencia Nacional de Servicios y Saneamiento (Sunass)*. Obtenido de http://www.sunass.gob.pe/websunass/index.php/sunass/regulacion-tarifaria/resoluciones/doc_details/2686-resolucion-de-consejo-directivo-n-015-2012-sunass-cd
- Tang, L., Li, X., Ji, R., Teng, K., Tai, G., Ye, J., . . . Lau, S. (2012). Bottom-up synthesis of large-scale graphene oxide nanosheets. *Chem*, 22(12), 5676-5683.
- Tapia, L. (2017). *Evaluación de arsénico con chacko (Hidralgirita) en aguas subterráneas contaminadas del distrito de Taraco–Puno*. (Tesis de pregrado). Universidad Nacional del Antiplano, Puno, Perú.
- United States Environmental Protection Agency. (2015). *Causal Analysis/Diagnosis Decision Information System / Metals*. Obtenido de <https://www.epa.gov/caddis-vol2/metals>
- Vargas, D. (2017). *Síntesis de óxido de grafeno reducido y aminado químicamente y su influencia en las propiedades eléctricas y mecánicas de nanocompósitos a base de caucho natural*.

- (Tesis de Pregrado). Universidad de Chile, Santiago, Chile. Obtenido de <http://repositorio.uchile.cl/handle/2250/144751>
- Visa, M., & Chelaru, A. (2014). Hydrothermally modified fly ash for heavy metals and dyes removal in advanced wastewater treatment. *Applied Surface Science*, 303, 14-22.
- Vitela Rodríguez, A. (2011). *Remoción de arsénico por medio de carbón activado modificado con nanopartículas de hidróxido de hierro*. (Tesis de posgrado). Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, San Luis Potosí, Mexico .
- Wade, L. (2004). *Química Orgánica*. Madrid: Pearson Education.
- Wang, Z., Nelson, J., Hillborg, H., Zhao, S., & Schadler, L. (2012). Graphene oxide filled nanocomposite with novel electrical and dielectric properties. *Advanced Materials*, 24(23), 3134-3137. doi:10.1002/adma.201200827
- Wicklein, B., Kocjan, A., Salazar-Álvarez, G., Carosio, G., Camino, G., Antonietti, M., & Bergstrom, L. (2014). Thermally insulating and fire-retardant lightweight anisotropic foams based on nanocellulose and graphene oxide. *Nat. Nanotechnol*, 10, 277.
- Williams, G., Seger, B., & Kamt, P. (2008). TiO₂-graphene nanocomposites. UV-assisted photocatalytic reduction of graphene oxide. *ACS Nano*, 2(7), 1487-1491.
- Yang, Y., Bolling, L., Priolo, M., & Grunlan, J. (2013). Super gas barrier and selectivity of graphene oxide-polymer multilayer thin films. *Advanced Materials*, 25(4), 503-508. doi:10.1002/adma.201202951
- Yeh, C., Raidongia, K., Shao, J., Yang, Q., & Huang, J. (2015). On the origin of the stability of graphene oxide membranes in water. *Nature Chemistry*, 7, 166.

Zare Aurora, K. (2018). *Remoción de arsénico de las aguas del Rio Santa usando arcilla natural del centro poblado de Otuzco - Cajamarca*. (Tesis de pregrado). Universidad de San Pedro, Chimbote, Perú.

Zewail, T., & Yousef, N. (2015). Kinetic study of heavy metal ions removal by ion exchange in batch conical air spouted bed. *Alexandria Engineering Journal*, 83-90.

7. ANEXOS

7.1. Resultados de las pruebas de adsorción



EMPRESA PRESTADORA DE SERVICIOS DE SANEAMIENTO DE LAMBAYEQUE S.A.

“ TRABAJAMOS PERMANENTEMENTE PARA LLEVARLE AGUA DE LA MEJOR CALIDAD, CUIDELA NO LA DESPERDICIE ”

RESULTADOS DE ANÁLISIS FÍSICOS QUÍMICOS

MUESTRA	FECHA	CÓDIGO	ARSÉNICO mg/l
DR.1.1.1	04/11/19	LCC 3708.19	0.002
DR.1.1.2	05/11/19	LCC 3709.19	0.002
DR.1.1.3	06/11/19	LCC 3710.19	0.002
DR.1.2.1		LCC 3711.19	0.001
DR.1.2.2		LCC 3712.19	0.001
DR.1.2.3	07/11/19	LCC 3713.19	0.002
DR.1.3.1		LCC 3714.19	0.000
DR.1.3.2		LCC 3715.19	0.001
DR.1.3.3	11/11/19	LCC 3716.19	0.003
DR.1.4.1		LCC 3717.19	0.000
DR.1.5.1.		LCC 3718.19	0.000
DR.2.1.1	11/11/19	LCC 3789.19	0.001
DR.2.1.2		LCC 3790.19	0.001
DR.2.1.3		LCC 3791.19	0.001
DR.2.2.1		LCC 3792.19	0.002
DR.2.2.2		LCC 3793.19	0.002
DR.2.2.3		LCC 3794.19	0.002






**EMPRESA PRESTADORA DE SERVICIOS
DE SANEAMIENTO DE LAMBAYEQUE S.A.**

**“ TRABAJAMOS PERMANENTEMENTE PARA LLEVARLE AGUA DE
LA MEJOR CALIDAD, CUIDELA NO LA DESPERDICIE ”**

RESULTADOS DE ANÁLISIS FÍSICOS QUÍMICOS

MUESTRA	FECHA	CÓDIGO	ARSÉNICO mg/l
DR.2.3.1	14/11/19	LCC 3819.19	0.001
DR.2.3.2		LCC 3820.19	0.001
DR.2.3.3		LCC 3821.19	0.001
DR.2.4.1		LCC 3820.19	0.002
DR.2.5.1		LCC 3820.19	0.001
DR.3.1.1	15/11/19	LCC 3896.19	0.003
DR.3.1.2		LCC 3897.19	0.003
DR.3.1.3		LCC 3898.19	0.002
DR.3.2.1		LCC 3899.19	0.003
DR.3.2.2		LCC 3900.19	0.003
DR.3.2.3		LCC 3901.19	0.003
DR.3.3.1	18/11/19	LCC.3896.19	0.006
DR.3.3.2		LCC.3897.19	0.005
DR.3.3.3		LCC.3898.19	0.005
DR.3.4.1		LCC.3899.19	0.005
DR.3.5.1		LCC.3900.19	0.006


 EPSEL S.A.
 JEFE OFICINA
 CONTROL DE
 CALIDAD
 LAMBAYEQUE


 AREA DE FISICO - QUIMICA
 EPSEL S.A.

7.2. Elaboración del Material Compuesto Bentonita-GO

- **Cálculo de cantidad de material compuesto por muestra**

- Volumen de muestra: 500 ml (volumen mínimo solicitado por EPSEL)

$$\text{Proporción de CMT: } \frac{1 \text{ gr CMT}}{100 \text{ ml}}$$

Cantidad de CMT por muestra

$$CMT = 500 \text{ ml} * \frac{1 \text{ gr CMT}}{100 \text{ ml}}$$

$$CMT = 5 \text{ gr}$$

- **Cantidad de material compuesto al 2%, 4% y 6% p/p de Óxido de Grafeno que se usará en la adsorción**

Número de ensayos = 3

Número de repeticiones = 3

Número de pruebas = 3x3= 9

- Volumen total de pruebas por cada tipo de CMT

$$V_{\text{total}} = 9 \times 500 \text{ ml}$$

$$V_{\text{total}} = 4500 \text{ ml}$$

$$\text{Cantidad de CMT} = 4500 \text{ ml} * \frac{5 \text{ gr CMT}}{500 \text{ ml}}$$

$$\text{Cantidad de CMT} = 45 \text{ gr por cada tipo de CMT}$$

Por ajuste considerando perdidas y error, consideramos producir una cantidad total de 50 gramos por cada concentración de material compuesto al 2, 4 y 6% p/p de GO.

- **Cálculo de cantidad de materia prima a utilizar**

- **Material compuesto al 2% p/p de Óxido de Grafeno**

$$GO = 50 \text{ gr} \times 0.02 = 1 \text{ gr}$$

$$B = 50 \text{ gr} \times 0.98 = 49 \text{ gr}$$

- **Material compuesto al 4 % p/p de Óxido de Grafeno**

$$GO = 50 \text{ gr} \times 0.04 = 2 \text{ gr}$$

$$B = 50 \text{ gr} \times 0.96 = 48 \text{ gr}$$

- **Material compuesto al 6% p/p de Óxido de Grafeno**

$$GO = 50 \text{ gr} \times 0.06 = 3 \text{ gr}$$

$$B = 50 \text{ gr} \times 0.94 = 47 \text{ gr}$$

Dónde: GO = Oxido de grafeno.

B = Bentonita.

7.3. Preparación de Solución de Arsénico

- **Cálculo de la solución madre**

- Objetivo: Preparar solución madre de Arsénico de concentración 0.825 ppm en un volumen de 02 Litros.

$$\text{Concentración (ppm.)} = \text{Peso de soluto (mg.)} / \text{Volumen de solución (L.)}$$

$$0.825 = \text{Peso de soluto (mg.)} / 02$$

$$\text{Peso de soluto (mg.)} = 1.65$$

$$\text{Peso de soluto (gr.)} = 0.00165$$

- Por lo tanto, para la preparación de la solución madre, disolvimos 0.00165 gr. de Óxido de Arsénico (III) en 02 Litros de agua destilada, obteniendo una solución final de 0.825 ppm.

- **Cálculo de solución estándar de As_2O_3**

- Para una concentración de As a 0.04 ppm para un volumen de 5.5 litros

$$C_2 * V_2 = C_3 * V_3$$

$$0.825 \text{ mg/lit} * V_2 = 0.04 \text{ mg/lit} * 5.5 \text{ litros}$$

$$V_2 = 0.2677 \text{ litros.}$$

- Para una concentración de As a 0.1 ppm para un volumen de 5.5 litros

$$C_2 * V_2 = C_4 * V_4$$

$$0.825 \text{ mg/lit} * V_2 = 0.1 \text{ mg/lit} * 5.5 \text{ litros}$$

$$V_2 = 0.6667 \text{ litros.}$$

- Para una concentración de As a 0.16 ppm para un volumen de 5.5 litros

$$C_2 * V_2 = C_5 * V_5$$

$$0.825 \text{ mg/lit} * V_2 = 0.16 \text{ mg/lit} * 5.5 \text{ litros}$$

$$V_2 = 1.0667 \text{ litros.}$$