



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ

FACULTAD DE INGENIERÍA

CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y ESTUDIOS DE POSGRADO

**REMOCIÓN DE PLOMO (II) EN SOLUCIÓN
ACUOSA SOBRE BIOMASA DE JACINTO DE
AGUA (*Eichhornia crassipes*) NATURAL Y
MODIFICADO A TRAVÉS DE UN
TRATAMIENTO HIDROTHERMAL**

T E S I S

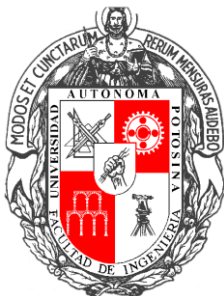
**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRO EN TECNOLOGÍA Y GESTIÓN DEL AGUA**

P R E S E N T A :

Ing. Amb. GEILER ABADALLAN ACOSTA DOPORTO

A S E S O R E S :

**Nahum Andrés Medellín Castillo
María Selene Berber Mendoza**



SAN LUIS POTOSÍ, S. L. P.

SEPTIEMBRE DE 2021



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ



FACULTAD DE INGENIERÍA

CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y ESTUDIOS DE POSGRADO

REMOCIÓN DE PLOMO (II) EN SOLUCIÓN ACUOSA SOBRE BIOMASA DE JACINTO DE AGUA (*Eichhornia crassipes*) NATURAL Y MODIFICADO A TRAVÉS DE UN TRATAMIENTO HIDROTHERMAL

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO EN TECNOLOGÍA Y GESTIÓN DEL AGUA

PRESENTA:

Ing. Amb. GEILER ABADALLAN ACOSTA DOPORTO

DIRECTOR:

Nahum Andrés Medellín Castillo

SINODALES:

Dr. Nahum Andrés Medellín Castillo
DIRECTOR

Firma

Dra. María Selene Berber Mendoza
CODIRECTOR

Firma

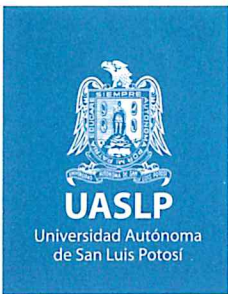
Dr. Raúl Ocampo Pérez

Firma

Dra. Paola Elizabeth Diaz Flores

Firma

SAN LUIS POTOSÍ, S.L.P., SEPTIEMBRE DEL 2021



FACULTAD DE
INGENIERÍA

18 de junio de 2020

**ING. GEILER ABADALLAN ACOSTA DOPORTO
P R E S E N T E.**

En atención a su solicitud de Temario, presentada por los **Dres. Nahum Andrés Medellín Castillo y María Selene Berber Mendoza**, *Asesor y Co-asesor de la Tesis* que desarrollará Usted, con el objeto de obtener el Grado de **Maestro en Tecnología y Gestión del Agua**. Me es grato comunicarle que en la Sesión del H. Consejo Técnico Consultivo celebrada el día 18 de junio del presente, fue aprobado el Temario propuesto:

TEMARIO:

“Remoción de Plomo(II) en solución acuosa sobre biomasa de Jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*) natural y modificado a través de un tratamiento hidrotermal”

Introducción.

1. Antecedentes sobre la contaminación del agua por Pb(II), jacinto de agua y materiales lignocelulósicos
2. Diagnóstico y monitoreo de la presencia del jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*) en la presa San José por percepción remota
3. Equilibrio de biosorción de Pb(II) sobre la biomasa natural de jacinto de agua
4. Síntesis de materiales adsorbentes a partir de Jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*) mediante carbonización hidrotermal para la remoción de Pb(II) del agua

Conclusiones.

Referencias.

“MODOS ET CUNCTARUM RERUM MENSURAS AUDEBO”

A T E N T A M E N T E

**M. I. JORGE ALBERTO PÉREZ GONZÁLEZ
DIRECTOR.**



www.uaslp.mx

Copia. Archivo.
*etn.

Av. Manuel Nava 8
Zona Universitaria • CP 78290
San Luis Potosí, S.L.P.
tel. (444) 826 2330 al39
fax (444) 826 2336


“1945-2020: 75 años de formación de profesionales en la Facultad de Ingeniería”



Dedicado a:

***Mi amada esposa Margarita
Estrada Avendaño y a mis
padres Manuela Doporto
Magaña y Geiler Acosta Arcos***

por su apoyo y amor incondicional



“Es importante adquirir el conocimiento de diferentes pensamientos, opiniones y puntos de vista. Si lo haces desde uno solo, te vuelves rígido y tedioso. Si entiendes al resto, serás alguien completo”

Iroh – ›The Last Airbender‹

Agradecimientos:

A Dios, por siempre escuchar mis oraciones y plegarias, en ocasiones llenar mi mente de paz y corazón de fortaleza para concluir esta etapa en mi vida, llenando de bendiciones mi camino.

A mi esposa Margarita que estuvo siempre acompañándome a cada momento y desvelo, siempre como una guerrera fuerte e inagotable. Brindándome su amor y sabiduría, caminando a mi lado en todo momento.

A mis padres, Geiler Acosta y Manuela Doporto por toda su confianza y apoyo, por creer en mí y brindarme consejos en situaciones difíciles. A mi abuela Elsa Magaña por siempre estar en su oraciones y llantos implorando sabiduría y protección para su nieto. De corazón para ustedes, muchas gracias ♥ ¡Lo logramos!

Al Dr. Nahum Medellín por todos los momentos en que se preocupó por mí, y mucho más que compartir de su conocimiento y experiencia como asesor; me acogió como a un hijo y estuvo dando ánimos en cada paso de esta lucha llamada posgrado. Por su paciencia y cariño, gracias.

A mis compañeros de posgrado Hilda Cisneros, Israel Flores, Alejandra Frías, Paola Cano, Miguel Toro, Bety Saucedo, Hafid Roque, Inés Navarro y Benjamín Cruz por siempre brindarme su apoyo. Llenaban cada día de alegría durante estos dos años.

A mis amigos Hilda, Israel y Benjamín que se quedaron hasta el final. Gracias por estar en cada momento hasta que concluí el posgrado brindándome su amistad sincera. Sus palabras de aliento, su apoyo emocional y académico siempre estarán en mi corazón.

Un agradecimiento especial a mi mejor amiga Hilda, por apoyarme en momentos difíciles durante todo este proceso, siempre creer en mí y tener fe de que lo lograría. Siempre serás como una hermana para mí, gracias por todo.

Agradecimientos por apoyo técnico:

A las Dras. Selene Berber Mendoza y Paola Elizabeth Diaz y al Dr. Raúl Ocampo y al Dr. Roberto Leyva Ramos por ser mentores y amigos.

A la I.Q Araceli Juárez Martínez y a las Q.F.B Jovita Mendoza Barrón, Q.F.B. Alma Guadalupe De Lira Santillán, Q.F.B. Dolores Soto López y Q.F.B. Beatriz Nieto Ahumada por su apoyo y consejos en la toma y análisis de muestras según los lineamientos de la NOM.

A las I.Q Laura Guadalupe Hernández de la Rosa, Gloria Korina Loredó Martínez y Miguel Ángel Cortina Rangel por los servicios de análisis de muestras y capacitación de espectroscopia de absorción atómica.

A la Dra. Diana Villela Martínez por su apoyo en los análisis termogravimétricos y los análisis de fisiorción de nitrógeno de los materiales en el laboratorio de ingeniería ambiental en la facultad de ciencias químicas.

A la Dra. Adriana Isabel Moral Rodríguez por el apoyo en la interpretación de algunos análisis de IR, TGA y MEB

A los I.Q Uziel Ortiz Ramos y Israel Ortiz Anaya por su cooperación y asesoría en la interpretación de datos termogravimétricos y análisis por fisiorción de Nitrógeno. Por su apoyo moral y consejos en laboratorio.

A la Dra. Gladis Judith Labrada Delgado por su cooperación tanto en la interpretación como en la realización de los análisis de Microscopia Electrónica de Barrido y análisis elemental EDS.

Al Dr. Francisco Carrasco Marín por su cooperación en la realización del análisis elemental en las muestras de la biomasa del jacinto de agua.

AGRADECIMIENTOS INSTITUCIONALES

A los proyectos CONACYT:

**CONACYT P.N -3947-2016 “APROVECHAMIENTO DE PECES DIABLO
(LORICARIIDAE) PARA SU USO EN LA REMOCIÓN DE CONTAMINANTES EN
SOLUCIONES ACUOSAS”.**

**CONACYT CB-286990-2016 “SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE
MATERIALES PREPARADOS A PARTIR DE MATERIALES DE HUESO DE
PECES PLECO PARA SU USO EN LA REMOCIÓN DE DIVERSOS
CONTAMINANTES DE SOLUCIONES ACUSAS”:**

A las instituciones:

Universidad Autónoma de San Luis Potosí

Centro de Investigación y Estudios de Posgrado

Facultad de Ingeniería

Facultad de Ciencias Químicas

Facultad de Enfermería

Instituto de Metalurgia

Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica A.C

Consejo Nacional de Ciencias y Tecnología (CONACYT)

No. de CVU 933783

No. de beca nacional 728916

INDICE

Índice de Tablas	x
Índice de Figuras	xiv
Resumen	xix
INTRODUCCIÓN	1
CAPITULO 1. ANTECEDENTES SOBRE LA CONTAMINACIÓN DEL AGUA POR Pb(II), JACINTO DE AGUA Y MATERIALES LIGNOCELULÓSICOS	5
1.1 Contaminación del agua por metales pesados.....	5
1.2 Jacinto de agua (Eichhornia crassipes).....	6
1.2.1 Origen y distribución	6
1.2.2 Hábitat.....	7
1.2.3 Factores que controlan la distribución del jacinto de agua.....	7
1.2.4 Morfología del Jacinto de Agua.....	8
1.2.5 Identificación Taxonómica de la planta “Eichhornia Crassipes”	9
1.3 Plomo	11
1.3.1 Características y propiedades del Pb(II)	11
1.3.2 Toxicología y legislación	13
1.4 Residuos lignocelulósicos	15
1.4.1 Materiales adsorbentes para la remoción de metales pesados	18
1.4.2 Materiales adsorbentes modificados para la remoción de metales.....	21
1.4.3 Materiales adsorbentes a base de la biomasa del jacinto de agua	24
1.5 Fundamentos de Adsorción.....	29
1.5.1 Factores que afectan la adsorción	30
1.5.2 Modelos de las isotermas de adsorción	31
1.5.2.1 Modelo de Langmuir	31
1.5.2.2 Modelo de Freundlich	32
1.5.2.3 Modelo de Redlich-Peterson.....	33
1.5.3 Biosorción	33
1.5.4 Biochar.....	34
1.5.5 Hydrochar	35
1.6. Justificación.....	38
1.7. Objetivos	38

1.7.1. Objetivo general	38
1.7.2. Objetivos específicos	38
CAPITULO 2. DIAGNÓSTICO Y MONITOREO DE LA PRESENCIA DEL JACINTO DE AGUA (<i>Eichhornia crassipes</i>) EN LA PRESA DE SAN JOSÉ POR PERCEPCION REMOTA.....	39
2.1 Introducción.....	39
2.2 Materiales y métodos	42
2.2.1 Recolección del jacinto de agua.....	42
2.2.2 Detección de datos de forma remota	44
2.3. Discusión de resultados	46
2.3.1. Descripción del área de estudio	46
2.3.2. Identificación de especie de la planta acuática ‘Jacinto de Agua’	48
2.3.3. Monitoreo remoto del jacinto de agua basado en NDVI.....	52
2.4. Conclusiones.....	64
CAPITULO 3. EQUILIBRIO DE BIOSORCION DE Pb(II) SOBRE BIOMASA NATURAL DE JACINTO DE AGUA	65
3.1 Introducción.....	65
3.2 Metodología experimental	68
3.2.1 Recolección de las muestras	68
3.2.2 Pretratamiento del Jacinto de agua.....	68
3.2.3 Adsorbato.....	69
3.2.4 Adsorbedor experimental de lote	69
3.2.5 Caracterización de la biomasa del jacinto de agua	70
3.2.5.1 Análisis de la superficie por Microscopia Electrónica de Barrido	70
3.2.5.2 Análisis por fisorción de nitrógeno.....	70
3.2.5.3 Análisis por espectroscopia al infrarrojo (IR)	73
3.2.5.4 Determinación de la concentración de sitios activos.....	73
3.2.5.5 Análisis Termogravimétrico.....	75
3.2.5.6 Distribución de la carga superficial y punto de carga cero (PCC)	76
3.2.5.7 Análisis elemental	78
3.2.5.8 Análisis químico (ICP-OES).....	78
3.2.6 Composición fisicoquímica de la biomasa del jacinto de agua	79

3.2.6.1 Determinación de contenido de humedad	79
3.2.6.2 Determinación de contenido de cenizas	80
3.2.7 Análisis de fracciones de la fibra (Van Soest)	81
3.2.7.1 Fibra Detergente Acida (FDA)	81
3.2.7.2 Fibra Detergente Neutra (FDN).....	83
3.2.8 Método para la obtención de datos experimentales de las isothermas de adsorción de Pb(II).....	85
3.2.9 Determinación de la concentración de plomo en solución acuosa.....	86
3.3 Discusión de resultados	87
3.3.1 Propiedades fisicoquímicas y de textura del jacinto de agua	87
3.3.1.1 Fisisorción de nitrógeno a 77 K.....	87
3.3.1.2 Concentración de sitios activos.....	90
3.3.1.3 Determinación de la carga superficial y punto de carga cero	94
3.3.1.5 Composición química de la biomasa natural de jacinto de agua	100
3.3.1.6 Espectroscopia de infrarrojo (FT-IR).....	104
3.3.1.7 Análisis termogravimétrico	110
3.3.1.8 Análisis elemental	116
3.3.1.9 Microscopia electrónica de barrido	120
3.3.2 Equilibrio de adsorción de Pb(II) sobre la biomasa natural del jacinto de agua (<i>Eichhornia Crassipes</i>).....	130
3.3.2.1 Isothermas de adsorción de plomo sobre la biomasa de jacinto de agua	131
3.3.2.2 Efecto del pH de la solución sobre la capacidad de adsorción	133
3.3.2.3 Efecto de la temperatura sobre la capacidad de adsorción	136
3.3.3 Mecanismo de adsorción	138
3.4. Conclusiones.....	140
CAPITULO 4. SÍNTESIS DE MATERIALES ADSORBENTES A PARTIR DE JACINTO DE AGUA (<i>Eichhornia crassipes</i>) MEDIANTE CARBONIZACIÓN HIDROTHERMAL PARA LA REMOCIÓN DE Pb(II) DEL AGUA	142
4.1 Introducción.....	142
4.2 Metodología experimental	144
4.2.1 Recolección de las muestras	144
4.2.2 Pretratamiento del jacinto de agua.....	144

4.2.3	Diseño de experimentos	145
4.2.4	Modificación del biosorbente a través de carbonización hidrotermal	146
4.2.5	Adsorbato.....	148
4.2.6	Porcentaje de rendimiento de la HTC de la biomasa de jacinto de agua	148
4.2.7	Caracterización	148
4.2.7.1	Microscopia electrónica de barrido	148
4.2.7.2	Análisis por fisorción de nitrógeno.....	149
4.2.7.3	Análisis por espectroscopia al infrarrojo (IR)	149
4.2.7.4	Determinación de la concentración de sitios activos.....	149
4.2.7.5	Análisis termogravimétrico	150
4.2.7.6	Distribución de carga superficial y punto de carga cero (PCC).....	150
4.2.7.7	Análisis elemental	150
4.2.8	Método para determinar la concentración de Pb(II) en solución acuosa.	150
4.2.9	Método para la obtención de datos experimentales de las isothermas de adsorción de Pb(II).....	151
4.3	Discusión de resultados	152
4.3.1	Diseño experimental y valores de respuesta	152
4.3.2	Propiedades fisicoquímicas y de textura de los hidrochars.....	155
4.3.2.1	Fisorción de nitrógeno a 77 K.....	155
4.3.2.2	Concentración de sitios activos.....	158
4.3.2.3	Determinación de la carga superficial y punto de carga cero	162
4.3.2.4	Espectroscopia de infrarrojo (FT-IR).....	163
4.3.2.5	Análisis termogravimétrico	167
4.3.2.6	Análisis elemental	169
4.3.2.7	Microscopia electrónica de barrido	170
4.3.3	Equilibrio de adsorción de Pb(II) sobre los hidrochars de Ho, Ta y Ra de jacinto de agua.....	180
4.3.3.1	Efecto de pH y temperatura sobre la capacidad de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochars de jacinto	182
4.3.4	Mecanismo de adsorción	189
4.4	Conclusiones.....	190
5	CONCLUSIONES GENERALES.....	192
	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	193

INDICE DE TABLAS

Tabla 1.1.	Composición química de algunos materiales lignocelulósicos estudiados, (Abdolali et al. 2014)	17
Tabla 1.2.	Capacidades de adsorción de diferentes biomásas utilizados para la remoción de metales pesados	19
Tabla 1.3.	Capacidades de adsorción de diferentes biomásas modificadas utilizados para la remoción de metales pesados	23
Tabla 1.4.	Parámetros y capacidades de adsorción del jacinto de agua utilizado para la remoción de metales pesados y otros contaminantes del agua	28
Tabla 1.5.	Condiciones y capacidades de adsorción de biochar e hydrochar de la biomasa del jacinto de agua utilizado para la remoción de diferentes contaminantes del agua	37
Tabla 2.1.	Coordenadas geográficas de los puntos de recolección del jacinto de agua	42
Tabla 2.2.	Fechas de captura vía remota	44
Tabla 2.3.	Propiedades de la imagen Landsat 8 ETM	45
Tabla 2.4.	Porcentaje de la superficie de la presa cubierta por el jacinto de agua flotante	63
Tabla 3.1.	Propiedades de textura de Ho, Ta y Ra	82
Tabla 3.2.	Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos totales presentes en los adsorbentes Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de NaOH = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de HCl = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL	85
Tabla 3.3.	Datos experimentales para la determinación de sitios básicos totales presentes en los adsorbentes Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de HCl = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de NaOH = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL.	85
Tabla 3.4.	Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos carboxílicos y lactónicos presentes en los adsorbentes Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de Na ₂ CO ₃ = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de	86

	solución titulante de HCl = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL	
Tabla 3.5.	Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos carboxílicos presentes en los adsorbentes Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de NaHCO ₃ = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de HCl = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL.	86
Tabla 3.6.	Concentración de sitios activos y PCC de Ho, Ta y Ra	87
Tabla 3.7.	Datos experimentales para la determinación de la carga superficial y el PCC del adsorbente (Ho) a T = 25 °C, Volumen de solución neutralizante = 25mL	89
Tabla 3.8.	Datos experimentales para determinación de la carga superficial de Ho	91
Tabla 3.9.	Datos experimentales para determinación de la carga superficial de Ta	91
Tabla 3.10.	Datos experimentales para determinación de la carga superficial de Ra	92
Tabla 3.11.	Composición química de los adsorbentes Ho, Ta y Ra	94
Tabla 3.12.	Frecuencia de longitud de onda de los espectros IR-ATR del jacinto de agua	99
Tabla 3.13.	Frecuencia de longitud de onda de los espectros IR-ATR del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II)	101
Tabla 3.14.	Análisis elemental (CHONS) de los adsorbentes de Ho, Ta y Ra	110
Tabla 3.15.	Contenido de elementos obtenidos en el análisis de cenizas por espectrometría de emisión por plasma inductivamente acoplado (ICP)	112
Tabla 3.16.	Parámetros de los modelos de las isotermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson para la adsorción de plomo sobre la biomasa natural de Jacinto (Ho), (Ta) y (Ra) a distintos valores de pH y T=25 °C	126
Tabla 3.17.	Parámetros de los modelos de las isotermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson para la adsorción de plomo	126

	sobre la biomasa natural de Jacinto (Ho), (Ta) y (Ra) a distintas temperaturas y pH = 5	
Tabla 4.1.	Diseño experimental del tratamiento HTC y respuestas de rendimiento, capacidad de adsorción y punto de carga cero	140
Tabla 4.2.	Diseño experimental de la HTC y respuesta de rendimiento	146
Tabla 4.3.	Análisis de varianza para el modelo cuadrático del R%, PCC y q	149
Tabla 4.4.	Propiedades de textura de los hidrochars de Ho, Ta y Ra	150
Tabla 4.5	Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos totales presentes en los hidrochars Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de NaOH = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de HCl = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL	153
Tabla 4.6.	Datos experimentales para la determinación de sitios básicos totales presentes en los hidrochars Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de HCl = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de NaOH = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL	153
Tabla 4.7.	Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos carboxílicos y lactónicos presentes en los hidrochars Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de Na ₂ CO ₃ = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de HCl = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL	154
Tabla 4.8.	Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos carboxílicos presentes en los hidrochars Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de NaHCO ₃ = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de HCl = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL	154
Tabla 4.9.	Concentración de sitios activos y PCC de los hidrochars Ho, Ta y Ra	155
Tabla 4.10.	Frecuencias características de la longitud de onda de los espectros IR-ATR de los hidrochars de jacinto de agua (Hoja, Tallo, Raíz) y saturados	158
Tabla 4.11	Análisis elemental (CHONS) de los adsorbentes de naturales e hidrochars de Ho, Ta, Ra del jacinto de agua	163

- Tabla 4.12 Parámetros de los modelos de las isothermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson para la adsorción de plomo sobre los hidrochars de Jacinto (H_0), (T_a) y (R_a) a distintos valores de pH y $T=25$ °C 175
- Tabla 4.13 Parámetros de los modelos de las isothermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson para la adsorción de plomo sobre los hidrochars de Jacinto (H_0), (T_a) y (R_a) a distintas temperaturas y pH = 5 175

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1.	Jacinto de agua o lirio de agua (<i>Eichhornia crassipes</i>)	6
Figura 1.2.	Morfología del jacinto de agua	9
Figura 1.3.	Árbol taxonómico de <i>Eichhornia Crassipes</i> . <i>Modificado de (www.cabi.org/isc)</i>	10
Figura 1.4.	Diagrama de predominancia de especies Pb^{+2} en medio acuoso, en función del pH	12
Figura 1.5	Fuentes de origen de la biomasa a partir de diferentes residuos	16
Figura 1.6.	Representación gráfica del proceso de adsorción	29
Figura 2.1.	Procedimiento para la recolección del jacinto de agua en la Presa San José	43
Figura 2.2.	Área de estudio y ubicación de la presa de San José	47
Figura 2.3.	Flor de Jacinto de Agua <i>Eichhornia Crassipes</i> (Mart.) Solms	48
Figura 2.4.	Hojas del Jacinto de Agua, <i>Eichhornia Crassipes</i> (Mart.) Solms.	49
Figura 2.5.	Tallos del Jacinto de Agua, <i>Eichhornia Crassipes</i> (Mart.) Solms	50
Figura 2.6.	Raíces del Jacinto de Agua, <i>Eichhornia Crassipes</i> (Mart.) Solms.	50
Figura 2.7.	Semillas del Jacinto de Agua, <i>Eichhornia Crassipes</i> (Mart.) Solms.	51
Figura 2.8.	Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 19 de julio del 2018.	53
Figura 2.9.	Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 08 de noviembre del 2018	54
Figura 2.10.	Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 27 de enero del 2019	56
Figura 2.11	Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 17 de abril del 2019	57

Figura 2.12	Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 06 de julio del 2019	58
Figura 2.13	Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 10 de octubre del 2019	59
Figura 2.14	Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 02 de marzo del 2020	61
Figura 2.15	Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 08 de junio del 2020	62
Figura 3.1.	Adsorbedor de lote experimental	63
Figura 3.2.	Isotermas de adsorción – desorción sobre Ho, Ta, Ra	81
Figura 3.3.	Distribución de volumen total acumulado de poros	83
Figura 3.4.	Curvas de titulación potenciométrica de Ho	88
Figura 3.5.	Distribución de carga superficial Ho, Ta y Ra	93
Figura 3.6.	Espectro infrarrojo de la biomasa natural del jacinto de agua	98
Figura 3.7.	Espectro infrarrojo de la biomasa del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II)	100
Figura 3.8.	Comparación de los Espectro infrarrojo de la biomasa del jacinto de agua antes y después de la adsorción de Pb(II)	103
Figura 3.9.	Análisis termogravimétrico del jacinto de agua (Ho,Ta,Ra)	107
Figura 3.10	Análisis termogravimétrico del jacinto de agua (Ho,Ta,Ra) después de la adsorción de plomo	107
Figura 3.11	Fotomicrografías de la biomasa (Hoja) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 30x, (b) 250x, (c) 500x y (d) 1000x	116
Figura 3.12.	Fotomicrografías de la biomasa (Hoja) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 100x, (b) 500x, (c) 500x y (d) 1000x	117
Figura 3.13.	Fotomicrografías de la biomasa (Tallo) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 1000x y (d) 1000x	118

Figura 3.14.	Fotomicrografías de la biomasa (Tallo) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 100x, (b) 250x, (c) 500x y (d) 1000x	119
Figura 3.15.	Fotomicrografías de la biomasa (Raíz) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 500x y (d) 1000x	120
Figura 3.16.	Fotomicrografías de la biomasa (Raíz) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 100x, (b) 250x, (c) 500x y (d) 1000x	121
Figura 3.17.	Espectrogramas de Fluorescencia de Rayos-X de la superficie de los adsorbentes: (a) Hoja, (b) Tallo y (c) Raíz del jacinto de agua	122
Figura 3.18.	Espectrogramas de Fluorescencia de Rayos-X de la superficie de los adsorbentes con Pb(II): (a) Hoja, (b) Tallo y (c) Raíz del jacinto de agua.	123
Figura 3.19.	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Hoja a distintos valores de pH y T = 25 °C	127
Figura 3.20.	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Tallo a distintos valores de pH y T = 25 °C	128
Figura 3.21.	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Raíz a distintos valores de pH y T = 25 °C	128
Figura 3.22.	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Hoja a distintos Temperaturas y pH = 5.	130
Figura 3.23	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Tallo a distintos Temperaturas y pH = 5.	131
Figura 3.24.	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Raíz a distintos Temperaturas y pH = 5	131
Figura 4.1.	Reactor autoclave empleado para la síntesis y obtención del hidrochar de jacinto de agua.	141
Figura 4.2.	Isotermas de adsorción – desorción sobre hidrochars de Ho, Ta, Ra	150
Figura 4.3.	Distribución de volumen total acumulado de poros	151

Figura 4.4.	Distribución de carga superficial de los hidrochars Ho, Ta y Ra	156
Figura 4.5	Comparación de los Espectro infrarrojo de los hidrochars del jacinto de agua antes y después de la adsorción de Pb(II)	160
Figura 4.6	Análisis termogravimétrico del hidrochar de jacinto de agua (Ho,Ta,Ra)	162
Figura 4.7	Análisis termogravimétrico de los hidrochars de jacinto de agua (Ho,Ta,Ra) después de la adsorción de plomo	162
Figura 4.8	Fotomicrografías del hidrochar (Hoja) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 1000x y (d) 2000x	165
Figura 4.9	Fotomicrografías del hidrochar (Tallo) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 250x, (c) 500x y (d) 1000x	166
Figura 4.10	Fotomicrografías del hidrochar (Raíz) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 1000x y (d) 1000x	167
Figura 4.11	Fotomicrografías del Hidrochar (Hoja) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 1000x y (d) 2000x	168
Figura 4.12	Fotomicrografías del Hidrochar (Tallo) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 1000x y (d) 5000x	169
Figura 4.13	Fotomicrografías del Hidrochar (Raíz) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 1000x, (c) 1000x y (d) 5000x	170
Figura 4.14	Espectrogramas de Fluorescencia de Rayos-X de la superficie de los hidrochars (a) Hoja, (b) Tallo y (c) Raíz del jacinto de agua.	172
Figura 4.15	Espectrogramas de Fluorescencia de Rayos-X de la superficie de los hidrochars con Pb(II) : (a) Hoja, (b) Tallo y (c) Raíz del jacinto de agua.	173
Figura 4.16	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochar de Hoja a distintos valores de pH y T = 25 °C	177

Figura 4.17	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochar de Tallo a distintos valores de pH y T = 25 °C	178
Figura 4.18	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochar de Raíz a distintos valores de pH y T = 25 °C	178
Figura 4.19	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochar Hoja a distintas Temperaturas y pH = 5.	181
Figura 4.20	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochar Tallo a distintas Temperaturas y pH = 5.	181
Figura 4.21	Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochar Raíz a distintas Temperaturas y pH = 5.	182

RESUMEN

En la presente investigación de tesis se elucidó el mecanismo de adsorción del Plomo(II) sobre la biomasa de jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*), para ello se utilizó como material precursor plantas macrófitas de jacinto de agua que fueron colectadas en la presa San José del estado de San Luis Potosí, México. Las plantas fueron separadas en Hoja, Tallo y Raíz y se denominaron Ho, Ta y Ra, respectivamente.

De acuerdo con los resultados obtenidos, la distribución de carga y el PCC de la biomasa natural del jacinto (Ho, Ta y Ra) tienen un carácter ácido y un valor de pH = 6. De esta manera se pudo corroborar que la superficie de los adsorbentes se encuentra cargada negativamente cuando el pH de las pruebas de adsorción es de 5.0, lo cual conlleva a que existen interacciones electrostáticas entre el Ion Pb(II) en solución y el adsorbente. El análisis por espectroscopía infrarroja permitió obtener información sobre los grupos funcionales que presentaron durante la adsorción de Pb(II) sobre los diferentes adsorbentes. Los resultados de este estudio revelaron que durante la adsorción de los iones metálicos probablemente estén involucrados los grupos amino, amida e hidroxilo ya que la intensidad de las bandas de estos grupos (3325 y 2900 cm^{-1}) disminuyen en las muestras saturadas con Pb(II) con respecto a los adsorbentes naturales sin saturar. Además, el retroceso en la banda característica del grupo carbonilo ($1850 - 1540\text{ cm}^{-1}$) en las muestras saturadas sugiere que este tipo de grupos funcionales también puede participar en la adsorción de los iones metálicos. Los resultados del análisis de fisorción revelaron que los adsorbentes no tiene una porosidad definida, ya que el análisis BET demostró que los tamaños de poros varían desde las 0.5 a 37.5 nm. De acuerdo

con lo anterior, se determinó que el tipo de poro dominante en este precursor es mesoporos con un estimado de 69.24 %, además cuenta con un área específica de 9.6 m²/g. El análisis por microscopia electrónica de barrido reveló que la superficie cuenta con una morfología alargada rugosa, en la cual se notan claramente las fibras en forma de estrías de la celulosa unidas con una sustancia que es la lignina. También, se realizó un análisis elemental de la composición química de la superficie de los adsorbentes por medio de Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X por energía dispersa (EDS) acoplada al MEB y el análisis reveló que la biomasa está constituida principalmente por C, O, P, Mg, Si, Ca y K. Esto se debe a que el material consta principalmente de celulosa y materia orgánica. Se consideró que el modelo de Langmuir y Prausnitz-Radke predijeron mejor los datos del equilibrio de adsorción Pb (II), respectivamente, ya que presentaron los menores porcentajes de desviación promedio. Además, se encontró que la capacidad para adsorber Pb (II) es afectada significativamente por el pH de la solución ya que la capacidad de adsorción aumenta 1.53, 1.3, 1.55 veces para Ho, Ta y Ra, respectivamente, al incrementar el pH de solución de 3 a 5.

En la presente tesis, también se empleó el monitoreo del jacinto de agua (*Eichhornia Crassipes*) sobre la Presa San José con los datos de teledetección de los sensores OLI Landsat 8, basado en el NDVI. El monitoreo del jacinto de agua sobre la superficie de la Presa San José demostró la capacidad y precisión de teledetección remota de la vegetación, en donde se observó el área de cobertura sobre la superficie, la proliferación y distribución del jacinto de agua es influenciado por factores climatológicos, así como antropogénicos. En donde el monitoreo durante el cambio estacional durante el año demuestra que existe una influencia de

los factores climatológicos en la proliferación del jacinto, siendo primavera y verano las estaciones con mayor porcentaje de cobertura en la superficie de vegetación moderada y escasa.

La aplicación de biomasa de jacinto modificada a través de un tratamiento de hidrocarbonizado para la remoción del catión Plomo(II) también se estudió en la presente tesis. En relación con este tema, se estableció un diseño experimental por medio del software Design-Expert de acuerdo con la metodología D-optimal para un diseño tipo lineal con 2 factores constituido en total por 11 experimentos. La síntesis del hidrochar fue llevada a cabo en un reactor autoclave, a una temperatura de carbonización constante de 220 °C, variando el tiempo de residencia y el tipo de biomasa empleada (Ho, Ta, Ra), donde, el rendimiento del hidrochar producido, la capacidad de adsorción y el PCC fueron los valores de respuesta. El análisis de varianza (ANOVA) se realizó para evaluar si los factores son significativos y comprobar el buen ajuste del modelo. El análisis estadístico de los factores se realizó a través de la prueba de hipótesis (valor p) y la prueba F (distribución F de Fisher, cociente de un efecto observado respecto de un error aleatorio). Considerando un intervalo de confianza del 95%, los factores o interacciones que exhiben $p \leq 0.05$ son significativos y la hipótesis nula puede rechazarse. De acuerdo con los resultados obtenidos se encontró que tiempo de la síntesis afecta el %R rendimiento del producto obtenido, a mayor tiempo menor rendimiento, los %R variaron del 31.99 al 55.05 %, la capacidad de adsorción (q), es afectada por el tipo de material decreciendo en el orden siguiente Tallo > Hoja > Raíz. El PCC de los hidrochar no es afectado significativamente por alguna variable estudiada.

INTRODUCCIÓN

A medida que aumenta la población mundial, el desafío de proporcionar seguridad hídrica será mayor. En el futuro, se prevé que asegurar el agua potable para las necesidades humanas sea necesario, ya que existe una enorme presión sobre las fuentes limitadas de agua dulce a nivel mundial por diferentes causas naturales o en su mayoría antropogénicas (Wichelns et al., 2015). La mayoría de los contaminantes ambientales tienen efectos destructivos en la calidad del suelo, agua, la nutrición de plantas y animales, así como la salud humana (Jomova et al., 2011). Una de las sustancias que contribuyen a la contaminación de los ecosistemas terrestres y acuáticos son los metales pesados. Estos representan un serio peligro para la salud de la población debido a su alta toxicidad, persistencia y rápida acumulación en organismos vivos.

El plomo es una sustancia ambientalmente abundante, que se encuentra en aguas superficiales y aguas crudas con una concentración de 0.04 – 0.01 mg/L, en las aguas marinas, con concentraciones de entre 0,003 y 0,20 mg/L y en el suelo, con valores de 8 a 20 mg Pb/kg, (Rubio et al., 2004). La contaminación del agua por plomo se debe a los efluentes industriales no tratados, generados por fábricas de pinturas, baterías, municiones, minería, entre otros; debido al aumento de estas actividades industriales y sus desechos, los metales pesados se han convertido en un grave problema circunstancial, causando diversos impactos desfavorables en el medio ambiente (Akhtar et al., 2004).

Los niveles del Pb(II) total absorbido por los humanos se deben a los alimentos y agua de mala calidad ingeridos, esto conlleva a la acumulación de plomo en la sangre y en los órganos que pueden representar un peligro a la salud humana, ya

que los metales pesados como el plomo causan alteraciones en los sistemas nervioso, óseo, digestivo, endocrino y reproductivo. Además, se conoce que algunos metales pesados pueden competir con los elementos esenciales para la vida y alteran el metabolismo causando daños severos (Navarro et al., 2007).

Los metales pesados se pueden eliminar del agua precipitándolos en forma de hidróxidos a valores de pH elevados (Forstner y Wittmann, 1983; Cushnie, 1984) o por otros métodos convencionales de tratamiento de aguas como la coagulación, la floculación, la oxidación, filtración de arena, intercambio iónico, la filtración de membranas con ozono de flotación/peróxido de hidrógeno, la degradación fotocatalítica, además de la implementación de otras tecnologías como el carbón activo y la osmosis inversa. Sin embargo, esto representa diversos inconvenientes como altos costos y mayor requerimiento de energía; además de que se generan nuevos productos (lodos contaminados) que simplemente transfieren el metal de un medio a otro, sin propiciar la solución definitiva del problema, generando un efecto negativo en el medio ambiente.

Dentro de las nuevas tecnologías para la eliminación de contaminantes de medios acuosos se encuentran los procesos de biosorción, los cuales tienen un gran potencial, que se caracteriza por el uso de materiales naturales de bajo costo, no tóxicos y biodegradables. El término "biosorción" se utiliza para referirse a la captación de contaminantes que realiza una biomasa (viva o muerta), a través de adsorción fisicoquímica, acomplejamiento, intercambio iónico o entrampamiento estérico. En los últimos años algunos investigadores, han encontrado numerosas aplicaciones en la eliminación de diferentes contaminantes ambientales. Los residuos agrícolas, forestales y agroindustriales que son amigables con el medio

ambiente debido a su composición química única, disponibilidad en abundancia, renovables y más eficientes parecen ser una opción más viable como alternativa (Sud et al.,2008). Algunos como el aserrín, cáscara de trigo, mazorca de maíz, bagazo de caña de azúcar, cáscaras de naranja, cáscaras de cacahuete, cáscaras de coco y cáscaras de nuez se han probado para la eliminación compuestos inorgánicos en medio acuoso (Segovia-Sandoval et al., 2018).

Hoy en día, muchas especies de plantas acuáticas están siendo investigadas para determinar su potencial y efectividad para disminuir o eliminar algunos contaminantes; especialmente las plantas de alta tasa de crecimiento, es decir, los macrófitos acuáticos de los cuales se puede hacer mención; lechuga de agua (*Pistia stratiotes*), lechuza de agua (*lemna de agua*), Bulrush (*Typha*), Hierba de Vetiver (*Chrysopogon zizanioides*), Common Reed (*Phragmites australis*) los cuales se han estudiado para la remoción de contaminantes en sistemas de purificación biológica (fitorremediación, biorretención) que mejoran la calidad del agua, sin embargo no solucionan el problema (Malik, 2007).

Existen diversos antecedentes sobre el uso de plantas acuáticas, algas, biomasa microbiana y en general materiales lignocelulósicos, considerados para el tratamiento de aguas residuales, debido a su capacidad de adsorción de iones inorgánicos (iones metálicos y metaloides), orgánicos (fenoles, fosfatos, nitratos) y algunos contaminantes emergentes (fármacos, pesticidas) que no se encuentran regulados y se encuentran en el medio natural por cantidades excesivas (Miretzky et al., 2006; Maine et al., 2001; Figueira et al., 2000).

El jacinto de agua o lirio acuático pertenece a la biomasa celulósica y sus componentes orgánicos incluyen proteínas, extracto libre de nitrógeno (almidón,

azúcares y pectina) y materiales lipoides (celulosa-lignina) por lo cual se convierte en un precursor con composición química estable y maleable según el uso para el cual se disponga. Es una especie tropical, que crece y se reproduce rápidamente, lo que provoca dificultades de navegación, interferencia con el riego, pesca y generación de energía. Esto también afecta la salud de los peces, disminuye los ingresos económicos de sociedad que dependen de la pesca y uso del agua, así como la seguridad alimentaria; mientras que las plantas en descomposición hacen que el agua no sea apta para el consumo humano, el ganado y la vida silvestre (Schmitz et al.,1993).

Actualmente, los métodos para controlar la invasión de esta especie implican principalmente la recolección mecánica y acumulación a cielo abierto, de lo cual la forma de deshacerse de las grandes cantidades de jacinto da lugar a un desafío nuevo emergente. Por consiguiente, la investigación sobre formas de proporcionar valor agregado a este desperdicio se ha considerado como una alternativa para mejorar el control y la disminuir las repercusiones que esta especie causa al medio.

Aunado a lo anterior, el jacinto de agua o lirio acuático tiene alta disponibilidad y es de fácil acceso por lo que en este estudio se considera utilizar su biomasa para probar su aprovechamiento en la síntesis de diversos biosorbentes para la eliminación de metales pesados del agua.

CAPITULO 1. ANTECEDENTES SOBRE LA CONTAMINACIÓN DEL AGUA POR Pb(II), JACINTO DE AGUA Y MATERIALES LIGNOCELULÓSICOS

1.1 Contaminación del agua por metales pesados

El agua es un recurso esencial y necesario para la existencia de cualquier tipo de vida sobre la Tierra, por otra parte, se sabe que continuamente es afectada por los diferentes tipos de actividades tanto naturales como antropogénicas, es preciso señalar que estas últimas actividades es por lo que la calidad del agua se degrada a niveles masivos, por lo tanto la contaminación es resultado del crecimiento poblacional, los cambios demográficos, la urbanización, el cambio climático, la industrialización y el consumo excesivo de los recursos hídricos naturales. La contaminación del agua sucede principalmente debido a acciones secundarias de estas actividades como son los fertilizantes agrícolas, las aguas residuales industriales y domésticas, lluvias ácidas, metales pesados, pesticidas, petróleo y muchos otros compuestos químicos inorgánicos y orgánicos (Verla et al., 2018; Ansari et al., 2020). En la actualidad una de las problemáticas en cuanto a la calidad del agua es la contaminación por metales pesados ya que representan un riesgo a nivel mundial por la falta de control e implementación de políticas y legislaciones que regulen estrictamente las concentraciones en las descargas de aguas, ya que el incremento de concentración de estos compuestos se debe principalmente a contaminación puntual de origen industrial o minero. Las descargas de aguas residuales municipales pueden ser asimismo una fuente de contaminación que no solo causan problemas en la superficie, sino que también afectan a los mantos acuíferos por lo que se vuelve motivo de gran preocupación, ya que algunos metales no son fáciles de destruir o disminuir por métodos de tratamientos convencionales.

1.2 Jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*)

1.2.1 Origen y distribución

El jacinto de agua o lirio de agua (*Eichhornia crassipes*) es una planta acuática perenne, originaria de América del Sur, específicamente de la cuenca del Amazonas y otros cuerpos de agua de la región amazónica (Barrett y Forno., 1982; Guevara y Ramírez-Cando., 2015). En la actualidad el jacinto de agua (Figura 1.1) está distribuido por todo el mundo, por su fácil adaptabilidad y resistencia; se puede encontrar desde Oriente-Occidente, Europa, África central y desde América del norte hasta América del sur abarcando en promedio un total de 50 países; excepto en los casquetes polares por las condiciones que necesita para sobrevivir (Shanab et al., 2010) . En México, existen más de 40,000 hectáreas de embalses, lagos, canales y desagües están infestados con *E. crassipes*_(Martínez Jiménez & Gómez Balandra, 2007)



Figura 1.1. Jacinto de agua o lirio de agua (*Eichhornia crassipes*)

1.2.2 Hábitat

El jacinto de agua habita principalmente en aguas estancadas (lagos, lagunas, estanques, presas), aunque puede encontrarse en aguas corrientes en las que la velocidad de flujo del agua sea reducida (ríos, canales, zanjas de drenaje, etc.). Las condiciones para su desarrollo vienen marcadas fundamentalmente por aspectos climáticos al ser una especie muy sensible a los inviernos fríos y a las bajas temperaturas, su rango de desarrollo se establece en zonas con temperaturas medias entre 18-30°C, con un óptimo entre 22-25 °C, desapareciendo en áreas con importantes fríos invernales, con frecuentes heladas o en zonas donde se produce habitualmente la congelación de los medios acuáticos (Ramil et al., 2014).

1.2.3 Factores que controlan la distribución del jacinto de agua

Los niveles de temperatura y nutrientes en el agua determinan el potencial peligro ambiental del Jacinto de Agua (Wilson et al., 2005). La falta de nutrientes (N y P) y períodos prolongados con temperaturas por debajo de los 5 °C o por encima de los 34 °C, retrasan su crecimiento y pueden suspender sus límites de dispersión (Gopal., 1987; Owens and Madsen., 1995). Otro de los factores que controlan su distribución es la calidad de agua, prefiriendo medios ricos en nutrientes (eutróficos o mesotróficos), de pH neutro o básico. Son especies intolerantes a las aguas marinas, aunque pueden colonizar estuarios con baja salinidad (Sato., 1988).

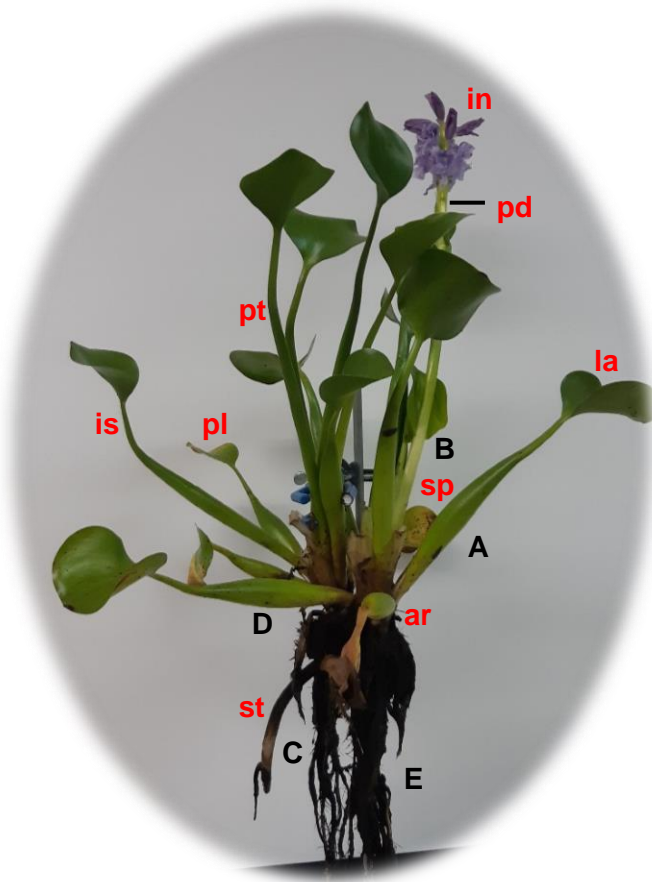
1.2.4 Morfología del Jacinto de Agua

Los jacintos de aguas son plantas perennes con un tallo muy corto, de unos pocos centímetros, del que surgen grandes hojas de forma conjunta. Las hojas presentan largos peciolo en forma circulares o de ovalo unas más anchas que largas, de 2,5-16 cm de largo y 3-12 cm de ancho.

En las hojas sumergidas, el peciolo es largo y cilíndrico, mientras que en las flotantes es más corto y se muestra muy hinchado, lo que facilita la flotabilidad de la planta. De los nudos en la parte inferior del tallo surgen un conjunto de raíces de color marrón negruzco que llegan a alcanzar los 150 y hasta 300 cm de longitud (Ramil et al., 2014; Rezanía et al., 2015).

Las flores de tonos azules a morados, raras veces blancas, del jacinto de agua (*E. Crassipes*) alcanza los 5 cm y se encuentran agrupadas en espigas conformadas de 4 a 16 flores. Cada flor posee 6 piezas, 3 externas y 3 internas, que protegen los 6 estambres y un único pistilo. El fruto es una cápsula en forma elíptica, de más o menos 1.5 cm de largo, con 3 ángulos.

Las semillas numerosas, de poco más de 1 mm de largo, con 10 costillas longitudinales. Se reproduce activamente tanto por semilla como asexualmente en estolones y fragmentación de plantas (Sanz-Elorza et al., 2004). En la Figura 1.2 se ilustra y señalan las características morfológicas de todas las partes de la planta *Eichhornia Crassipes*.



A) Pecíolo atenuado en forma de roseta producido bajo condiciones de alta densidad poblacional.

B) Brote axilar en expansión.

C) Una "rama" en desarrollo.

D) Pecíolo bulboso en forma de roseta producido bajo condiciones de baja densidad poblacional.

E) Raíz.

Abreviaturas:

ar: Raíces adventicias.

in: Inflorescencia.

is: Istmo de las hojas.

la: Hojas.

pl: Hojas primarias.

pd: Pedúnculo de la espiga floral.

pt: Pecíolo de la hoja.

sp: Espatas.

st: Estolones.

Figura 1.2. Morfología del jacinto de agua

1.2.5 Identificación Taxonómica de la planta "Eichhornia Crassipes"

De acuerdo con la información reportada por el Centro Internacional de Agricultura y Biociencias (CABI) y con el compendio de especies invasoras, la *Eichhornia Crassipes* se encuentra bajo un estatus válido identificado (Saul et al., 2016). En la Figura 1.3 se observa la taxonomía biológica del jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*) la cual se encuentra dividida en 9 categorías lineanas, esto la diferencia de cualquier otra especie de jacinto, así como lo sugiere el compendio de CABI (www.cabi.org/isc). Se le atribuyen algunos sinónimos tales como

Heteranthera formosa, *Piaropus crassipes*, *Pontederia crassipes*. La planta se encuentra dentro del tipo exótica-invasora ya que no pertenece a ninguna región dentro de México; uno de los ambientes favorables para la *Eichhornia crassipes* son los dulceacuícolas, debido a que es una planta perenne libre flotadora (macrofita).

También, se conoce con algunos nombres comunes como camalote, carolina, flor de agua, flor de huachinango, jacinto, jacinto de agua, lirio, lirio acuático, lirio de agua, ninfa, papalacate, patito, pico de pato, reina, tamborcillo, violeta de agua, buchón de agua. Varios autores aplicaron otras combinaciones en cuanto a su nombre de descripción de la especie en el siglo XIX, pero finalmente, en 1883, H. Solms-Laubach estableció la combinación *Eichhornia crassipes*(Mart.) Solms por el cual la especie es ahora universalmente conocida (Gopal., 1987).

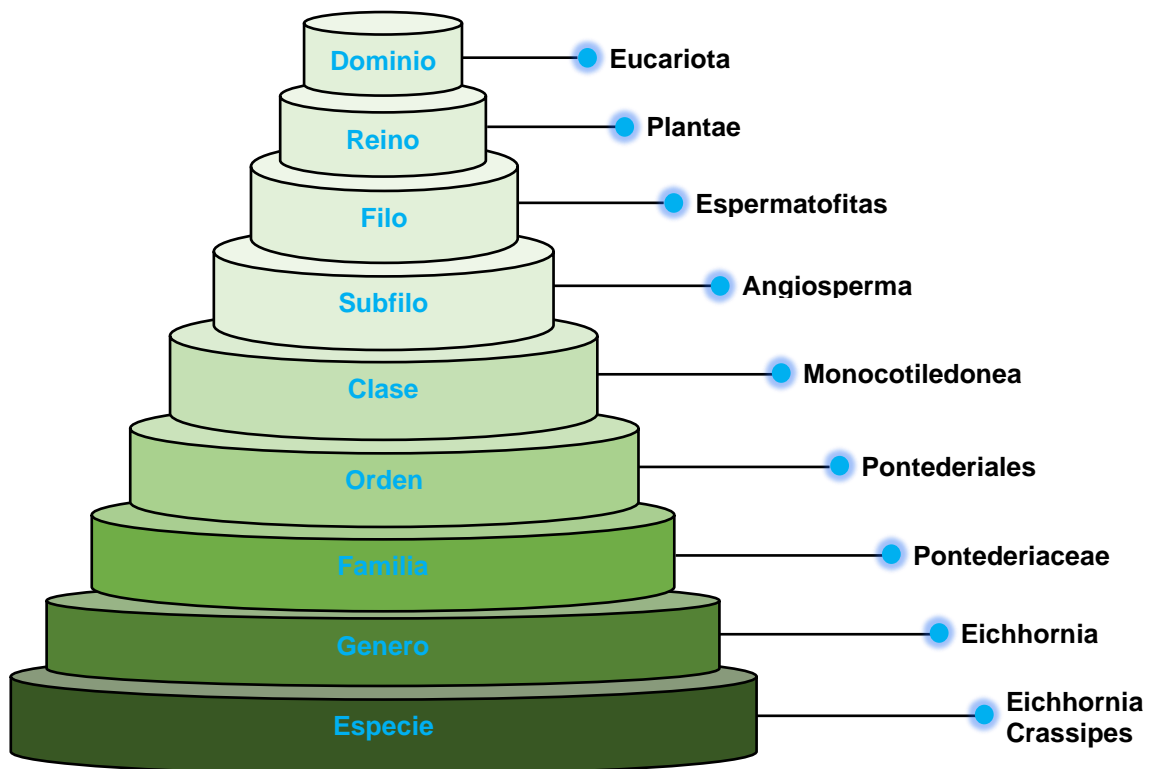


Figura 1.3. Árbol taxonómico de *Eichhornia Crassipes*. Modificado de (www.cabi.org/isc)

En la actualidad, se han descrito otras seis especies de *Eichhornia*, principalmente de América del Sur y Central, pero que incluyen *Eichhornia natans* (*P. Beauv*) Solms que está restringido a África y *Eichhornia azurea*. Todos son relativamente raros y de poca o ninguna importancia económica. La confusión con *Eichhornia Crassipes* es poco probable ya que presentan algunas diferencias morfológicas, como tamaños de hoja, floración, tallos, hojas dentadas, peciolo hinchados, y en cuanto a el tamaño general estas otras especies son relativamente más pequeñas (Rojas-Sandoval y Acevedo-Rodríguez, 2019).

1.3 Plomo

1.3.1 Características y propiedades del Pb(II)

El plomo Pb(II) es un elemento metálico pesado, suave y altamente maleable de color azul grisáceo, que en contacto con la humedad del ambiente se torna de color gris mate formando una capa que posteriormente impide la corrosión, este es un elemento que se ubica en el grupo IV-A de la tabla periódica y cuyo símbolo es (Pb) su número atómico es 82 y su peso atómico de 207.2 g/mol, cuenta con un punto de fusión de 328 °C, un punto de ebullición de 1740 °C, además una densidad de 11.34 g/cm³. El plomo reacciona con el ácido nítrico disolviéndose lentamente, pero a temperatura ambiente es relativamente resistente por los ácidos sulfúrico y clorhídrico (Emsley., 2003). El plomo es anfótero, ya que forma sales de plomo de los ácidos, así como sales metálicas del ácido plúmbico. También, tiene la capacidad de formar diferentes sales, óxidos y compuestos organometálicos.

Se obtiene principalmente de 2 fuentes; una primaria como la minería y sus derivados en la fundición de metales y una secundaria como consecuencia del

reciclaje de baterías y chatarra. Es muy estable y resistente a la corrosión, no conduce electricidad, pero es un buen escudo protector contra la radiación, debido a su alta densidad (ATSDR, 1999). Este elemento se emplea en grandes cantidades en la fabricación de baterías, el revestimiento de cables, municiones, fontanería y en aparatos de rayos X. (CEPIS., 1995). Las especies de Pb^{+2} presentes en solución muchas veces dependen de la concentración y el pH de la solución, dado que esta podría formar diferentes especies como las que se obtienen a continuación:

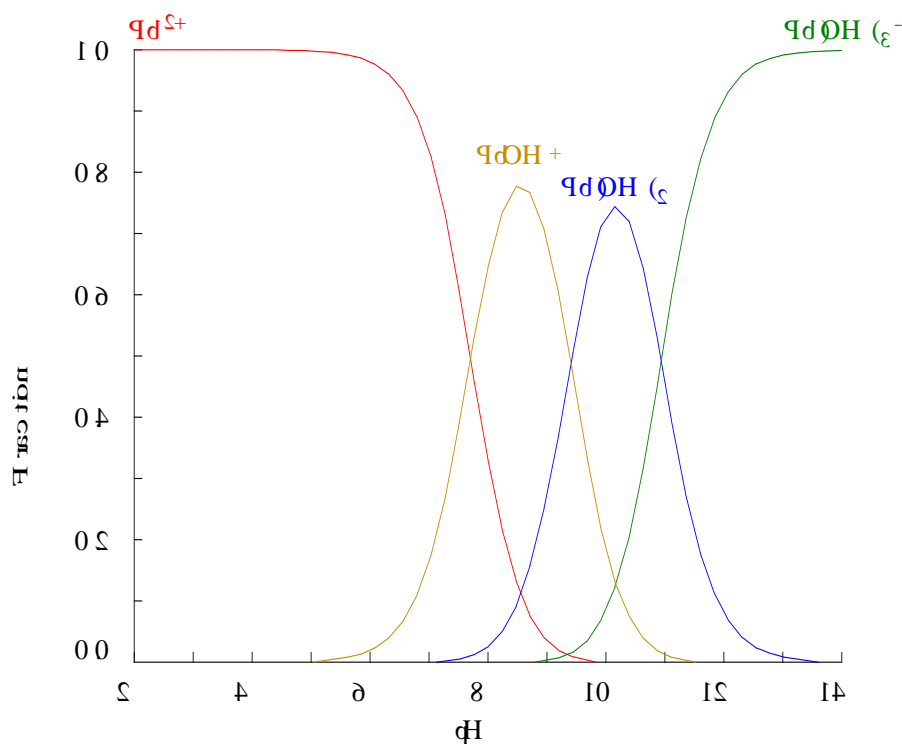


Figura 1.4. Diagrama de predominancia de especies Pb^{+2} en medio acuoso, en función del pH.

En la Figura 1.4 se ilustra el diagrama de especiación del Pb^{+2} y se nota que el ion Pb^{+2} se encuentra predominante a $pH \leq 4$. El hidroxido complejo $Pb(OH)^+$ se empieza a formar a $pH > 4$ y se tiene casi el 100% de $Pb(OH)^+$ a $pH = 8$. El $Pb(II)$

se empieza a precipitar como $\text{Pb}(\text{OH})_2$ a $\text{pH} > 8$ y casi todo el plomo se encuentra presente como $\text{Pb}(\text{OH})_2$ a aproximadamente a $\text{pH} = 11.4$. Por último, la especie $\text{Pb}(\text{OH})_3^-$ se encuentra predominantemente en la solución a $\text{pH} > 13$.

1.3.2 Toxicología y legislación

Los metales pesados, debido a su no biodegradabilidad y acumulación en el medio ambiente y el cuerpo vivo, se vuelven más notorios para los seres humanos (Mahmoud et al., 2010; Gong et al., 2012). El plomo, $\text{Pb}(\text{II})$, es uno de los metales pesados más tóxicos abundantes con importantes significados ambientales y toxicológicos (Bellinger et al., 2006). Por lo tanto, la determinación o eliminación de $\text{Pb}(\text{II})$ es muy demandada para la sostenibilidad del medio ambiente. En la actualidad, se aplican muchos métodos y tecnologías, como el método de intercambio de iones, la precipitación química y adsorción para eliminar los iones $\text{Pb}(\text{II})$.

Según la ATSDR (Agency for Toxic Substances and Disease Registry), el plomo es la segunda sustancia peligrosa de máxima prioridad. Debido a su naturaleza persistente, el plomo tiende a acumularse en la sangre, los tejidos blandos y los huesos. Las enfermedades agudas, como el daño cerebral, el daño renal, la angustia gastrointestinal a los humanos y el daño al centro nervioso central son algunos de los efectos del consumo a largo plazo de agua que contiene $\text{Pb}(\text{II})$. Los datos de varios estudios han identificado que los adsorbentes de bajo costo tienen un efecto significativo en la remoción de plomo en solución acuosa (Homagai et al., 2010; Liu et al., 2009; Awual et al., 2014).

Los metales pesados son elementos naturales con un alto peso atómico y son liberados por eventos naturales y actividades humanas. Sus múltiples aplicaciones industriales, domésticas, agrícolas, médicas y tecnológicas han llevado a su amplia distribución en el medio ambiente, lo que genera preocupación por sus posibles efectos sobre la salud humana y el medio ambiente. Por lo tanto, la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA) ha establecido el límite máximo permisible para 0,0015 mg/L (15 ppb), mientras que la (OMS) recomienda y establece un límite de 0.0010 mg/L (10 ppb) de plomo en el agua potable, lo que la hace apta para el consumo.

En los últimos años, la exposición humana a los metales tóxicos ha disminuido en los países desarrollados, pero en otras partes del mundo (principalmente en los países en desarrollo), está aumentando (Jarup, 2003). Varias encuestas basadas en la población indican que la exposición a metales todavía está extendida (Nadal et al., 2004; Esteban-Vasallo et al., 2012; Alves et al., 2014; CDC, 2014; Mari et al., 2014; Rovira et al., 2015; Vilavert et al., 2015). La mayor exposición humana de metales es el resultado de actividades antropogénicas tales como operaciones de minería y fundición, producción industrial, uso doméstico y agrícola de compuestos que contienen metales (He et al., 2005). Los metales son tóxicos sistémicos que se sabe que inducen daño orgánico múltiple, incluso en niveles más bajos de exposición (Duffus, 2002).

Los metales son tóxicos al cual los humanos están expuestos causando daños a algunos órganos esenciales como el riñón, el hígado y cerebro que causan nefrotoxicidad, hepatotoxicidad y neurotoxicidad (OMS, 2007). Desde el 2010, la OMS hace referencia que el plomo (Pb), cadmio (Cd), mercurio (Hg) y arsénico (As)

son cuatro de los metales prioritarios que son de gran interés e importancia para la salud pública y recomienda a las dependencias gubernamentales mantener un control a través de las diferente Normatividad aplicable (Reyes et al., 2016).

En México, se han creado algunas normas que rigen el sistema y manejo de agua potable, así como las descargas de aguas residuales a los bienes nacionales como lagos, ríos, estanques, etc. Esto con el fin de disminuir o al menos controlar la contaminación excesiva de la creciente demanda de uso de agua.

Por lo tanto, la Norma Oficial Mexicana NOM-127-SSA1-1994 "salud ambiental, agua para uso y consumo humano-límites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización", establece un límite máximo permisible de 0.025 mg/L de Pb para el agua de uso y consumo humano. Mientras que la NOM-001-SEMARNAT-1996 "que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales" no un máximo de 0.5 a 1 mg/L para cualquier de los cuerpos receptores del agua tratada.

1.4 Residuos lignocelulósicos

La biomasa es el conjunto de residuos proveniente de la materia orgánica de origen vegetal o animal y de materiales que resultan de la transformación natural o artificial de un producto o sistema. En la Figura 1.5 se ilustra la fuente de la cual los residuos pueden ser obtenidos para ser utilizados. Además, la biomasa al provenir de los residuos y ser utilizados nuevamente, representa un aprovechamiento secundario de materia por lo que implica un beneficio y no solo un problema que perjudique el medio ambiente. Esta biomasa puede ser aprovechada de manera

conveniente ya que presentan características particulares debido al origen de los cuales han sido adquiridos, así mismo se le atribuyen diferentes ventajas por la valorización y creación de nuevos subproductos como los que se mencionan más adelante.

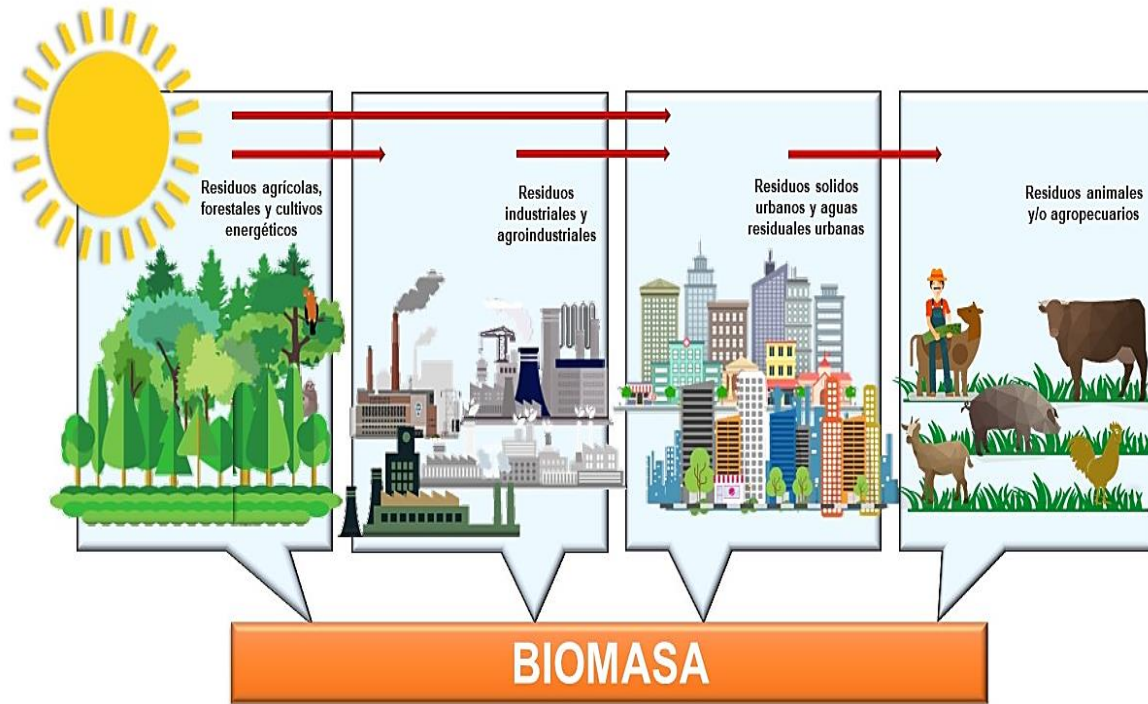


Figura 1.5. Fuentes de origen de la biomasa a partir de diferentes residuos

En la actualidad, los beneficios en la utilización de alternativas baratas como el de la biomasa se han incrementado significativamente y hasta ahora se han realizado muchos intentos sobre la viabilidad del potencial de la biosorción en materiales lignocelulósicos (sustancias naturales o desechos y subproductos agroindustriales) como una opción económica y ecológica. En general, los procesos de biosorción pueden reducir significativamente los costos totales de tratamiento en comparación con los sistemas convencionales (Bulut y Tez, 2007).

La valorización de la biomasa con respecto a la conversión o la preparación de diferentes productos puede activar algunos procesos de restauración de efluentes. Algunos estudios han probado la posible utilización de la biomasa para la producción de biogás, bioetanol, hidrogeno por conversión catalítica, biobutanol, biopolímeros, fibra de carbono, polímeros super absorbentes, combustible de alto rendimiento, compuestos, biofertilizantes, alimentos para peces, sustratos para cultivo y tratamientos agua (Sindhu et al., 2017).

En su mayoría todos los materiales lignocelulósicos se encuentran conformados por celulosa (30–50%) que es un polímero lineal de azúcar glucopiranososa, cuya cadena promedio tiene un grado de polimerización amplio que es altamente orientada y cristalina, sin acceso al agua y otros solventes, mientras que el resto está compuesto por cadenas menos orientadas que tienen asociación con hemicelulosa (20–40%) y lignina (15–25%). (Abdolali et al., 2014). La composición química de algunos materiales lignocelulósicos estudiados según Abdobali et al., (2014) se presenta en Tabla 1.1.

Tabla 1.1. Composición química de algunos materiales lignocelulósicos estudiados, (Abdolali et al., 2014).

Tipo	Componente químico (%)				
	Celulosa	Lignina	Hemicelulosa	Ceniza	Sílice
Paja de arroz	25–35	10-15	20-30	15-20	9-15
Paja de trigo	30–35	16-21	26–32	4.5–9	3–7
Paja de cebada	30–35	14-15	24–29	5-7	3–6
Bagazo de caña de azúcar	32–44	19–24	25–35	1.5–5	<4
Bambú	26–43	21–31	15-26	1.7–5	<1
Hierba	30–40	10–25	35–50	5-15	-

Tipo	Componente químico (%)				
	Celulosa	Lignina	Hemicelulosa	Ceniza	Sílice
Elote	35–45	5-15	35–45	1-2	<1
Hojas	15–25	5–10	70–80	<1	-
Desperdicio de algodón	80–95	-	5–20	<1	-
Madera dura	40–55	20–25	25-40	<1	-
Madera blanda	40–50	25–35	25–35	<1	-
Semilla de olivo	30–35	20–25	20-30	<1	5-9
Cáscara de nuez y semilla	25–35	30–40	25-30	-	-

Desde el punto de vista de la aplicación práctica, la disponibilidad y la economía es un factor importante para tener en cuenta al seleccionar la biomasa con fines de remoción de contaminantes del agua (Viera y Volesky, 2000). Sin embargo, los materiales lignocelulósicos tienen algunos aspectos negativos, como la baja capacidad de adsorción en forma bruta y la liberación de componentes orgánicos en términos de alta demanda química de oxígeno (DQO), demanda biológica de oxígeno (DBO) y carbono orgánico total (COT). Por lo tanto, pueden causar contaminación secundaria y reducción de oxígeno en el agua (Wan Nghah y Hanafiah, 2008).

1.4.1 Materiales adsorbentes para la remoción de metales pesados

En la actualidad se han establecido el uso de metodologías alternas para la adsorción de contaminantes, como los metales pesados, que emplean materiales de origen biológico debido a su gran viabilidad, bajo costo y alta eficiencia de remoción (Vizcaino Mendoza y Fuentes Molina, 2015). Una de las técnicas empleadas es la biosorción, que consiste en la transferencia selectiva de uno o más

solutos de una fase líquida a una porción de partículas sólidas de material biológico, que involucra la participación de diversos mecanismos físicos y químicos en función de diversos factores (Volesky, 1990). En las últimas décadas se han realizado innumerables estudios sobre biomásas capaces de remover metales pesados con el objetivo de ser utilizados en el tratamiento de aguas, algunos de ellos se mencionan en la Tabla 1.2.

Tabla 1.2. Capacidades de adsorción de diferentes biomásas utilizados para la remoción de metales pesados

Adsorbente	Adsorbato	Capacidad de adsorción (mg/g)	pH	Referencia
Cáscara de coco	Co(II)	12.82	4.3	Parab et al., (2006)
Salvado de trigo	Pb(II)	87.0	5	Bulut & Baysal, (2006)
Residuos de Té	Zn(II)	8.9	4.2	Wasewar et al., (2009)
Medula de coco	Pb(II)	263	5	Kadirvelu & Namasivayam, (2000)
Cáscara de naranja	Ni(II)	158	6	Ajmal et al., (2000)
Cáscara de banana	Cd(II)	35.52	8	Memon et al., (2008)
Pulpa de remolacha	Cu(II)	28.5	4	Aksu & İsoğlu, (2005)
Bagazo de caña de azúcar	Hg(II)	35.71	4	Khoramzadeh et al., (2013)
Cáscara de Bael	Cr(VI)	17.27	2	Anandkumar & Mandal, (2009)
Semilla de aceituna	Cr(III)	13.95	5	Blázquez et al., 2009

De acuerdo con la investigación realizada por Low et al. (1995), evaluaron la biomasa obtenida de médula de banano (*Musacea zingiberales*) por su capacidad para adsorber iones metálicos de residuos de galvanoplastia y soluciones sintéticas en condiciones de flujo continuo y por lotes. Se observó que la sorción era tanto dependiente del pH como de la concentración, siendo óptimo el pH 4-5. Los datos de equilibrio siguieron el modelo de isoterma de Langmuir con una capacidad máxima de 8.55 y 13.46 mg/g de Cu(II) en residuos de galvanoplastia y solución sintética, respectivamente.

Según los estudios de Verma y Shukla (2000), aprovecharon la biomasa residual, del tallo de trigo y la corteza de babul (*Acacia nilótica*), la cual se utilizó para comparar los datos de remoción de níquel del efluente de una industria de galvanoplastia y una solución sintética en condiciones similares. Los datos de adsorción se compararon con un carbón activado disponible comercialmente. La concentración inicial de Ni (II) varió de 10 mg/L a 100 mg/L, en un intervalo de pH de 2 a 7, la dosis de adsorbente varió de 2 g a 10 g y el tiempo de contacto de 30 min a 6 h. Encontraron que la paja del trigo podría eliminar el 100 % de Ni (II), a concentración inicial de 25 mg/L a pH 4.0 en 4 h. La eliminación de Ni (II) en general se incrementó con la dosis de carbón, el tiempo de contacto, el valor de pH y disminuyó con el aumento de la concentración de Ni(II). El efluente de galvanoplastia mostró una remoción de 2% a 10% menor en comparación con la solución sintética en condiciones similares.

Shukla y Pai (2005) evaluaron el potencial de fibra lignocelulósica natural y modificada de yute para determinar la adsorción de iones de metales pesados como Cu(II), Ni(II) y Zn(II) en solución acuosa. La fibra de yute saturada de colorante

mostró una capacidad de adsorción de 8.4, 5.26 y 5.95 mg/g para Cu(II), Ni(II) y Zn(II), respectivamente, mientras que la fibra de yute oxidada mostró 7.73, 5.57 y 8.02 mg/g contra 4.23, 3.37 y 3.55 mg/g para la fibra de yute no modificada que siguió el modelo de adsorción de Langmuir.

Finalmente, Murphy et al. (2007), estudiaron varias biomásas secas de macroalgas marinas, *F. spiralis* y *Fucus vesiculosus* (marrón), *Ulva* spp. y *Ulva lactuca* (verde), *P. palmata* y *Polysiphonia lanosa* (rojo), en las cuales evaluaron la capacidad de adsorción de Cu(II) en solución acuosa. Se observó que la sorción mejoraba al incrementar el pH, siendo óptimo el pH 5. Además, los datos del equilibrio siguieron el modelo de adsorción de Langmuir. Las macroalgas *Focus vesiculosos*, *Polysiphonia lanosa* y *Ulva spp.* mostraron una capacidad de adsorción de 2.44, 1.88 y 1.94 mmol/g de Cu(II), respectivamente. También, se encontró que estas algas mostraban una mayor concentración de ácido urónico.

1.4.2 Materiales adsorbentes modificados para la remoción de metales

Algunas biomásas fácilmente disponibles en su estado nativo o después de un procesamiento simple se han probado para determinar su rendimiento de biosorción, en particular los residuos biológicos generados como un subproducto de los procesos industriales a gran escala, residuos sólidos de almazaras, lodos activados de plantas de tratamiento de aguas residuales, biosólidos, macrófitos acuáticos y otros materiales derivados de plantas (Ahluwalia y Goyal, 2007).

De acuerdo con diferentes estudios realizados, es evidente que para mejorar las propiedades de los adsorbentes e incrementar su capacidad de adsorción para la captación de algunos iones, la modificación química con ácidos minerales, ácidos

orgánicos, bases, compuestos orgánicos y agentes de oxidación (por ejemplo, hidróxido de sodio, óxido de calcio, cloruro de calcio, ácido cítrico, ácido acético, ácido nítrico, formaldehído, carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, peróxido de hidrógeno, ácido etilendiaminotetraacético (EDTA), metanol, etc.) dan como resultado un incremento superior en la capacidad, que a los de la biomasa sin tratar (Velázquez-Jiménez et al., 2013; Wan Ngah y Hanafiah, 2008). También, se han documentado los tratamientos físicos que incluyen calentamiento, ebullición, congelación, descongelación, secado, liofilización, trituración, entre otros; que son menos comunes y poco utilizados, debido a que no manifiestan una capacidad de adsorción mayor, en comparación con el uso de la biomasa natural.

Tal como se ha entendido, el tipo de grupos funcionales y componentes químicos en los desechos y subproductos lignocelulósicos son similares, pero en diferentes cantidades. Los pretratamientos podrían modificar las características y grupos de la superficie ya sea eliminando o cubriendo los grupos o exponiendo más sitios de unión (Viera y Volesky, 2000). Algunas técnicas de tratamiento previo en que utilizan diferentes tipos de agentes modificadores se aplican dentro de las tecnologías conocidas para mejorar los materiales adsorbentes e incrementar su capacidad de adsorción o de manera general mejorar sus características físicas y químicas, que pueden ser utilizadas con diferentes fines (Bhatnagar y Sillanpää, 2010; Wan Ngah y Hanafiah, 2008).

En la Tabla 1.3 se mencionan algunos parámetros de estudios realizados con biomásas modificadas para adsorber metales pesados en solución.

Tabla 1.3. Capacidades de adsorción de diferentes biomásas modificadas utilizados para la remoción de metales pesados

Adsorbente	Agente modificante	Adsorbato	Capacidad de adsorción (mg/g)	pH	Referencia
Cáscara de arroz	Acido tartárico (C ₄ H ₆ O ₆)	Pb(II)	120.48	5	Wong et al. (2003)
Salvado de trigo	Ácido sulfúrico (H ₂ SO ₄)	Cd(II)	101	5.4	Özer & Pirinççi, (2006)
Medula de coco	Persulfato de amonio ((NH ₄) ₂ S ₂ O ₈)	Ni(II)	62.5	5	Kadirvelu et al. (2001)
Cáscara de naranja	Ácido tioglicolico (C ₂ H ₄ O ₂ S)	Cu(II)	70.67	6.5	Sha et al., (2009)
Bagazo de agave	EDTA	Zn(II)	105.26	3.9	Pereira et al., (2010)
Cáscara de nuez	Cloruro de zinc (ZnCl ₂)	Hg(II)	151.5	5	Zabihi et al., (2009)
Cáscara de granada	Carbonizado	Fe(II)	18.52	6	Moghadam et al., (2013)
Zeolita de modernita	Bromuro de cetiltrimetilamonio (C ₁₉ H ₄₂ BrN)	As(V)	97.3	6	Chutia et al., (2009)
Cáscara de papa	HTC/Ácido fosfórico (H ₃ PO ₄)	Co(II)	479	4	Kyzas et al., (2018)
Madera de nogal	Pirolisis/ Permanganato de potasio (KMnO ₄)	Pb(II)	153.1	5	Wang et al., (2015)
Sargassum sp.	Ácido clorhídrico (HCl)	Nd(II)	76.45	5	Oliveira et al., (2012)
Corteza de eucalipto	Ácido tartárico (C ₄ H ₆ O ₆)	Se(IV)	41.84	5	Rajamohan & Rajasimman, (2015)
Hojas de eucalipto	Hidróxido de sodio (NaOH)	Tl(I)	80.65	8.5	Dashti & Aghaie, (2013)
Residuos de Té	Bacillus sp.	Cr(VI)	741.38	5	Gupta & Balomajumder, (2015)

1.4.3 Materiales adsorbentes a base de la biomasa del jacinto de agua

A continuación, se presentan algunos antecedentes de los tratamientos previos y el uso que se le ha dado a la biomasa obtenida del Lirio de Agua (*Eichhornia crassipes*), para conseguir diferentes materiales con propósitos específicos ya que la biomasa de esta planta se presenta como un nuevo material de fácil obtención, gracias a su abundancia y crecimiento desmedido por las condiciones en la que puede sobrevivir.

Soenjaya et al. (2014), sintetizaron fibra de carbono a partir de alquitrán líquido de jacinto de agua. El análisis de composición química del alquitrán líquido de jacinto de agua reveló que contiene una cantidad significativa de compuestos fenólicos. El alto contenido de compuestos fenólicos indica que el alquitrán obtenido es un material adecuado para la producción de fibra de carbono. La carbonización se llevó a cabo a 900 °C y produjo un 29% de fibra de carbono. La caracterización por SEM, XRD y FTIR reveló que las propiedades son comparables a las de la fibra de carbono comercial.

Zhang et al. (2015), durante sus estudios probaron la eficiencia y los mecanismos de eliminación de Cd(II) por biochar de pirolizado del jacinto de agua con un rango de 250 a 550 °C. Encontraron que el biochar sintetizado a 450 °C presenta mayores capacidades de adsorción en comparación a los reportados en otros estudios previos en concentraciones variables de Cd(II) y puede eliminar casi el 100 % de Cd(II) de la solución acuosa dentro de 1 h con una concentración de Cd(II) inicial ≤ 50 mg/L. El pirolizado de jacinto de agua a 450 °C es más efectivo para la adsorción de Cd(II), La capacidad máxima de adsorción de Cd(II) por biochar a 450 °C fue estimado en 70.3 mg/g. Los investigadores han concluido que basados

en el análisis de balance entre los cationes liberados y el Cd(II) sorbido en biochar (450 °C) en combinación con los datos de SEM-EDX y XPS, que el intercambio iónico seguido de la complejación en la superficie es el mecanismo dominante responsable de la inmovilización de Cd(II) por biochar a 450 °C.

Kurniawan et al. (2015), exploraron el potencial de la biomasa de bajo costo del jacinto de agua como precursor para la preparación de microesferas de carbono. Se hidrolizó jacintos de agua a azúcares por H₂SO₄ diluido en condiciones de agua subcrítica durante 2 horas. Luego, la solución de azúcar se carbonizó en condiciones subcríticas a temperaturas de 160 a 200 °C y tiempos de entre 6 a 10 h para producir microesfera de carbono. La transformación a una temperatura de 200 °C durante 10 h, mostro el mayor rendimiento de 0.1019 g de microesferas de carbono. Posteriormente, los tratamientos químicos y físicos de la microesfera de carbono se llevaron a cabo utilizando una solución de KOH y microondas para aumentar el área de superficie específica y la porosidad de la microesfera de carbono. Las pruebas revelaron que las microesferas activadas a una relación de impregnación de 1:1 y una potencia de microondas de 630 W expusieron una mayor capacitancia específica y una excelente estabilidad electroquímica.

De acuerdo con la investigación realizada por Quispe Baldeón et al. (2017), evaluaron la fitorremediación con jacintos de agua de los parámetros fisicoquímicos y la remoción de plomo de un cuerpo de agua a través de sistemas flotantes en lote durante 2 meses. Los datos se obtuvieron del monitoreo y muestreo de agua diario de los sistemas en lote, los cuales se evaluaron en un diseño experimental para obtener la eficiencia de los parámetros fisicoquímicos. Los resultaron exhibieron que hubo disminución en la conductividad, oxígeno disuelto y sólidos totales, así como

una eficiencia del 31 % remoción de parámetros fisicoquímicos conductividad (uS/cm), oxígeno disuelto (mg/L), sólidos totales (mg/L), turbiedad (UNT), pH, temperatura (°C), DBO₅ (mg/L), DQO (mg/L) y fosfato (mg/L). La adsorción del plomo obtuvo el 87 % de eficiencia, ya que de acuerdo con los resultados las muestras de agua tomadas antes y después de la fitorremediación exponían una concentración de 0.115 mg/L a 0.001 mg/L respectivamente, por lo que se removió el metal casi en su totalidad.

Yi et al. (2016) llevaron a cabo experimentos de lotes para investigar la biosorción de U(VI) en solución acuosa sobre biomasa de jacinto de agua. De acuerdo con los resultados, se observó que la adsorción de U(VI) era dependiente del pH, siendo el mejor 5.5 para la remoción uranio, el equilibrio de adsorción se alcanzó en un tiempo de 30 min, la cual se conformó de una cinética de pseudo segundo orden. Los datos de biosorción obtenidos se ajustaron mejor al modelo de isoterma de Langmuir, obteniendo una capacidad máxima de 145.85 mg/g, los cálculos termodinámicos indicaron que el proceso de biosorción de U(VI) fue espontáneo y endotérmico, la caracterización superficial del adsorbente implicó que los grupos funcionales (amino, hidroxilo y carboxilo) podrían ser responsable del proceso de adsorción, ya que podrían estar involucrados los mecanismos de coordinación e intercambio iónico.

Según los estudios de Huang et al. (2014), prepararon carbones activados a partir de jacinto de agua, usando activación química de H₃PO₄ para la eliminación de Pb(II) en solución. La caracterización superficial y morfológica de los carbones mostraron que son mesoporosos (93.9 %) con una superficie BET de 423.6 m²/g, además se encontró la presencia de grupos funcionales oxigenados (hidroxilo,

carbonilo, carboxilo y fosfato) por lo que podrían estar involucrados mecanismos de adsorción como el intercambio iónico y atracción electrostática. El comportamiento de los datos de adsorción sigue una cinética de pseudo primer orden e isoterma de Langmuir obteniendo una capacidad máxima de monocapa de 118.8 mg/g. De acuerdo con los cálculos termodinámicos los investigadores determinaron que el proceso de adsorción fue espontáneo y endotérmico. Además, descubrieron que, en condiciones optimizadas, una pequeña cantidad de adsorbente de 1.0 g/L en una concentración de 50 mg/L podría eliminar hasta el 90.1 % de Pb(II) en 20 min a pH 6.0 y temperatura de 25 °C.

Finalmente, Yu et al. (2018), investigaron la adsorción de Cr(VI) sobre carbonizado de jacinto de agua que se modificó y saturó con nanopartículas de ZnO para eliminar cromo de solución acuosa. De acuerdo con las pruebas realizadas el carbón a 700 °C saturado al 30 % en peso de ZnO mostró una mayor eficiencia (95 %) para la eliminación de cromo. La cinética de adsorción del adsorbente es consistente con el modelo cinético de pseudo segundo orden y la isoterma de adsorción sigue el modelo de Langmuir con una capacidad máxima de adsorción de 43.48 mg/g para Cr(VI), alcanzando el equilibrio en 14 h a pH 5. Se realizaron múltiples técnicas como XRD, XPS, SEM, EDX y FT-IR para investigar los posibles mecanismos implicados en la adsorción de Cr(VI) puesto que los resultados revelan que hay precipitación entre los iones de cromo y el óxido de Zn. Además, las nanopartículas de ZnO actúan como fotocatalizador para generar electrones fotogenerados para mejorar la reducción de Cr (VI) a Cr (III). En la Tabla 1.4 se mencionan algunos parámetros de estudios realizados con biomasa natural y modificada de jacinto de agua para adsorber metales pesados.

Tabla 1.4. Parámetros y capacidades de adsorción del jacinto de agua utilizado para la remoción de metales pesados y otros contaminantes del agua

Adsorbente	Agente modificador	Adsorbato	Capacidad de adsorción (mg/g)	pH	Tiempo de contacto	°T (°C)	Mecanismo	Referencia
Jacinto de agua (<i>Eichhornia crassipes</i>)	-	U(VI)	142.85	5.5	30 min	25	Intercambio iónico	Yi et al., (2016)
	H ₃ PO ₄	Pb(II)	118.8	6	40 min	25	Inter. iónico/Atrac. electrostática	Huang et al., (2014)
	-	Cr(III)	6.61	4.5	3 h	25	Intercambio iónico	Elangovan et al., (2008)
	ZnO	Cr(VI)	43.48	5	14 h	25	Atracción electrostática	Yu et al., (2018)
	Pirolisis	Cd(II)	70.3	-	24 h	25	Intercambio iónico	Zhang et al., (2015)
	KOH	Cu(II)	67.9	6	5 h	30	Inter. iónico/Atrac. electrostática	Cao et al., (2019)
	HNO ₃	Ni(II)	32.4	5.5	8 h	25	Intercambio iónico	Neris et al., (2019)
	Fe(Cl) ₃ / Co(NO ₃) ₂	Zn(II)	10.5	4.5	1.5 h	25	Inter. iónico/Atrac. electrostática	Lima et al., (2020)

1.5 Fundamentos de Adsorción

La adsorción es un proceso de asociación preferencial de componentes (adsorbato) de una fase líquida que se transfieren hacia la superficie de un sólido (adsorbente). En la Figura 1.6 se ilustra el proceso de adsorción entre un adsorbente y el adsorbato. Las operaciones de adsorción explotan la capacidad especial de ciertos sólidos para hacer que sustancias específicas de una solución se concentren en la superficie de esta. De esta forma, los componentes de la solución pueden separarse (McCabe et al., 1999).

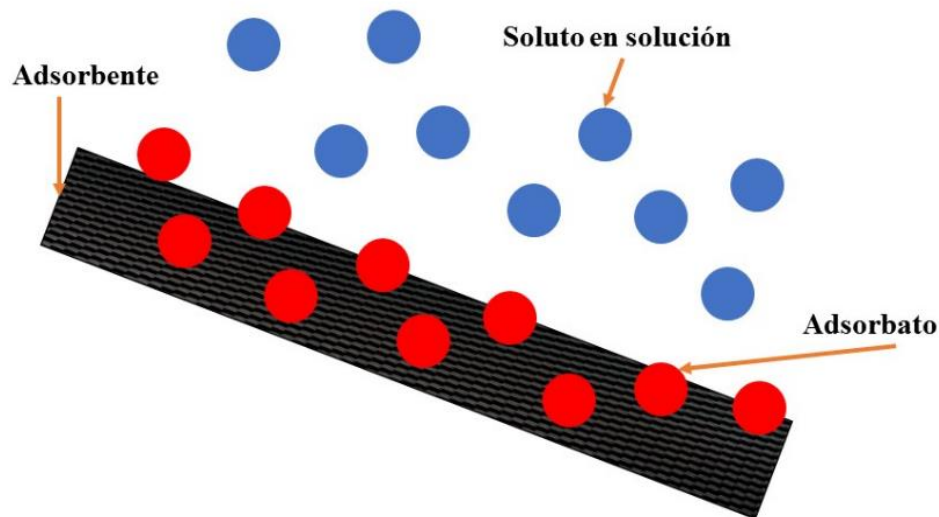


Figura 1.6. Representación gráfica del proceso de adsorción

Los fenómenos de adsorción se dividen en dos tipos: físicos y químicos

La adsorción física o adsorción de "Van Der Waals" es un fenómeno fácilmente reversible y es el resultado de las fuerzas intermoleculares de atracción entre las moléculas en las capilaridades de la superficie sólida y la sustancia adsorbida. La quimisorción o adsorción activada es el resultado de la interacción

química entre el sólido y la sustancia adsorbida. La fuerza de unión química puede variar considerablemente y puede suceder que no se formen compuestos químicos en el sentido usual, la fuerza de adhesión es generalmente mucho mayor que la observada en la adsorción física, el proceso es irreversible (Treybal., 1985).

Los procesos de adsorción ocurren en tres etapas: Por la transferencia de las moléculas del adsorbato a través de la capa que rodea al adsorbente, difusión a través de los poros y la captura por medio de enlaces, de las moléculas del adsorbato en la superficie activa del adsorbente (Cisneros., 2001)

1.5.1 Factores que afectan la adsorción

Como se mencionó anteriormente en la adsorción, el objetivo principal es remover el soluto o adsorbato que se encuentra en la fase líquida, concentrándolo o acumulándolo en la superficie del adsorbente. La eficiencia de la adsorción depende de varios factores debido a que impactan directamente en la capacidad de adsorción y en el tiempo que se requiere para alcanzar el equilibrio (Leyva Ramos, 2007). Entre los principales factores que afectan la adsorción están los siguientes:

- I. La naturaleza del adsorbente, entre las que destacan:
 - a. Propiedades de textura: área específica, diámetro promedio de poros y volumen de poros.
 - b. Propiedades fisicoquímicas: carga de la superficie, concentración y tipos de sitios activos y la composición química.
- II. Las características físicas y químicas del adsorbato, entre éstas destacan el tamaño de la molécula, polaridad, solubilidad, composición química y concentración del adsorbato en la solución.

- III. Las características de la fase líquida, tales como pH, temperatura, fuerza iónica y polaridad.

1.5.2 Modelos de las isothermas de adsorción

Para describir el equilibrio de adsorción se utilizan las isothermas de adsorción, esta representa una relación matemática entre la masa del soluto adsorbido por unidad de masa del adsorbente y la concentración del soluto en la solución cuando se ha alcanzado el equilibrio a una determinada temperatura (Leyva-Ramos, 2010). Se han reportado dentro de la literatura diversos modelos matemáticos para la interpretación del equilibrio de adsorción en sistemas líquido-sólido y los más utilizados para interpretar los datos experimentales del equilibrio de adsorción son los modelos de Freundlich, Langmuir y Radke-Prausnitz.

1.5.2.1 Modelo de Langmuir

Este modelo se desarrolló teóricamente y se basa en que la máxima capacidad de adsorción se forme una monocapa, el calor de adsorción es constante, todos los sitios del adsorbente tienen la misma actividad para la adsorción y no existe interacción entre las moléculas adsorbidas (Weber, 1972). El modelo de Langmuir representa el equilibrio dinámico en que la velocidad de adsorción de las moléculas es igual a la velocidad de desorción de las moléculas adsorbidas. Este modelo se representa matemáticamente como:

$$q = \frac{q_m KC}{1+KC} \quad \text{Ec. 1}$$

Donde:

- q = Masa del soluto adsorbido por unidad de masa del adsorbente, mg/g.
- q_m = Máxima masa del soluto que se adsorbe sobre el adsorbente, mg/g.
- K = Constante de la isoterma de Langmuir relacionado con el calor de adsorción, L/mg.
- C = Concentración de soluto en el equilibrio, mg/L

1.5.2.2 Modelo de Freundlich

La isoterma de Freundlich establece que la superficie es heterogénea, debido a la presencia de sitios activos con diferentes calores de adsorción y la isoterma indica que la capacidad de adsorción aumenta cuando aumenta la concentración al equilibrio. Así mismo, no es lineal a bajas concentraciones, sino que cuando la concentración tiende a cero, la diferencia de las capacidades de adsorción conforme a la concentración tiende al infinito. La representación de este modelo matemático es la siguiente:

$$q = KC^{1/n} \quad \text{Ec. 2}$$

Donde:

- q = Masa del soluto adsorbido por unidad de masa del adsorbente, mg/g.
- K = Constante de la isoterma de Freundlich relacionado con la capacidad de adsorción, mg L/g.
- C = Concentración de soluto en el equilibrio, mg/L
- n = Intensidad de la adsorción

1.5.2.3 Modelo de Redlich-Peterson

El modelo de Redlich-Peterson es una isoterma empírica que combina las características y elementos de las isothermas de Langmuir y Freundlich. La ecuación que representa este modelo se expresa a continuación:

$$q = \frac{aC}{1+bC^\beta} \quad \text{Ec. 2}$$

Donde:

q = Masa del soluto adsorbido por unidad de masa del adsorbente, mg/g.

a = Constante de la isoterma de Redlich Peterson, L/g.

b = Constante de la isoterma de Redlich Peterson, L/mg.

β = Constante de la isoterma de Redlich Peterson

1.5.3 Biosorción

El término biosorción se refiere a la captación de compuestos por medio de una biomasa (viva o muerta), a través de mecanismos fisicoquímicos como la adsorción o el intercambio iónico en donde se involucran una fase sólida (adsorbente) y una fase líquida (disolvente) que contiene las especies que van a ser adsorbidas (adsorbato) (Vargas et al., 2009).

Para que este proceso se lleve a cabo, debe existir afinidad del adsorbente por los adsorbatos, para que estos últimos sean transportados hacia el sólido donde van a ser retenidos por diferentes mecanismos. Esta operación continúa hasta que se establece un equilibrio entre el adsorbato disuelto y el adsorbato enlazado al sólido (Pinzón y Vera, 2009). La biosorción es una tecnología prometedora para el

tratamiento de efluentes contaminados y se basa en las interacciones contaminante-biomaterial. Este proceso tiene varias ventajas tales como: Bajo costo de los materiales, fácil operación y selectividad con los contaminantes en comparación con los procesos fisicoquímicos convencionales como la precipitación química, ósmosis inversa, intercambio iónico y adsorción con carbón activado (Shroff y Vaidya, 2011).

1.5.4 Biochar

El biochar es el producto de la desintegración térmica de la biomasa en ausencia de oxígeno. Esta descomposición térmica se lleva a cabo por pirólisis, donde la biomasa se somete a altas temperaturas (500-1000 °C) que conducen a cambios en sus composiciones químicas (Pandey et al., 2020). Debido a las condiciones restringidas de oxígeno, no hay combustión de carbono y los materiales resultantes incluyen gas de síntesis, bio-aceite y biochar que es un compuesto sólido, negro, altamente poroso y liviano compuesto de 70% de carbono en forma estable (Cha et al., 2016). La fundación europea de biochar (EBC) define al biochar como "una sustancia heterogénea rica en carbono aromático y minerales". Se produce por pirólisis de biomasa obtenida de forma sostenible en condiciones controladas con tecnología limpia y se utiliza para cualquier propósito que no implique su rápida mineralización en CO₂ y que eventualmente pueda convertirse en una enmienda del suelo (EBC, 2012; Pandey et al., 2020).

Bajo este término existen similitudes entre biochar y carbón, esta reside en el uso final que se le dará a el material. El carbón es un material cuya finalidad es la producción de energía, mientras que el objetivo principal del biochar, es el

mejoramiento del suelo y reducción de los niveles de dióxido de carbono (CO₂) en la atmósfera. Entonces, las características tanto físicas como químicas son diferentes, ya que ambos materiales se optimizan para el proceso que se utilizaran (Escalante Rebolledo et al., 2016)

Sin embargo, existen otros propósitos para este material debido a su contenido de carbono, el biochar ha encontrado aplicaciones potenciales en diversos campos. Se utiliza como suplemento del suelo para mejorar la fertilidad del suelo y la capacidad de retención de nutrientes (El-Naggar et al., 2019; Mohan et al., 2018). También se utiliza para la producción de energía renovable en forma de energía térmica, bioaceites y electricidad (Waqas et al., 2018). En los últimos años el biochar ha sido altamente estudiado y utilizado como adsorbente para la eliminación de sustancias tóxicas del suelo y el agua (Regkouzas y Diamadopoulos, 2019). En la Tabla 1.5 se mencionan algunas condiciones y parámetros de trabajos en los que se han elaborado biochar a partir de la biomasa de jacinto de agua.

1.5.5 Hydrochar

Hoy en día diferentes técnicas se han desarrollado para la producción de materiales carbonosos que benefician la remediación de aguas superficiales, limpieza de efluentes artificiales y disminución de cargas contaminantes en general. Una de ellas es el producto de la carbonización hidrotermal (HTC), este proceso se lleva a cabo bajo la influencia de temperaturas relativamente bajas (180 – 250 °C) en presencia de agua y una presión autogenerada por el sistema (Wang et al., 2018). En condiciones hidrotermales, el agua asume características fisicoquímicas ventajosas para la transformación lignocelulósica, como un alto poder de ionización,

alta solubilidad y funcionalidades catalíticas (Santana et al., 2020). Esto favorece la transformación de la biomasa lignocelulósica, ya que durante este proceso las macromoléculas de la materia sufren reacciones de hidrólisis, deshidratación, descarboxilación, aromatización y condensación para producir un sólido (hydrochar), un subproducto líquido (bio-aceite) y algunos gases (CO_2 , H_2 , CO , CH_4) (Acharya et al., 2015; Ghanim et al., 2016).

Por otra parte, los estudios llevados a cabo las últimas décadas establecen que las propiedades fisicoquímicas cambian significativamente con diferentes variaciones de procesamiento, así como: la temperatura de carbonización, tiempo de residencia, presión y la relación agua-precursor (Gao et al., 2016). Además, y tomando en cuenta lo anterior uno de los factores más importantes que se debe de considerar para la llevar a cabo la HTC es el tipo de biomasa precursora, puesto que es un aspecto clave en la influencia del contenido energético, formación superficial de grupos oxigenados y la calidad de combustión de los hidrochars.

En la actualidad los investigadores han utilizado algunos métodos para eliminar los contaminantes orgánicos e inorgánicos del medio ambiente, como la biodegradación, la adsorción, el stripping, la hidrólisis, la fotólisis, etc. (Ali et al., 2012). Pero aún no se ha encontrado una solución de amplio alcance. Recientemente, la investigación de adsorción sobre carbones para la remoción de contaminantes de los recursos naturales y ambientales se ha convertido en una línea fuerte de investigación en el campo de las ciencias ambientales y creación de nuevas tecnologías de eliminación de contaminantes del agua.

En la Tabla 1.5 se mencionan algunas condiciones y parámetros de trabajos en los que se han realizado hidrochars a partir de la biomasa de jacinto de agua.

Tabla 1.5. Condiciones y capacidades de adsorción de biochar e hydrochar de la biomasa del jacinto de agua utilizado para la remoción de diferentes contaminantes del agua

Adsorbente	Método de síntesis	Condiciones de síntesis (°T- P)	Agente modificante	Adsorbato	Capacidad y condiciones de remoción	Mecanismo	Referencia
	Pirolisis	500 °C en O ₂ por 1 h	-	Hg(II)	28.4 mg/g (dosis = 0.5 g/L; T=25°C; pH =5; t = 2 h)	Atracción electrost.	Kadirvelu et al., (2004)
	Pirolisis	600 °C en N ₂ por 1 h	FeCl ₃	Cr(VI)	120 mg/g (dosis = 1 g/L; T=30°C; pH = 2; t = 6 h)	Intercambio iónico	Zhang et al., (2015)
Jacinto de agua (Eichhornia crassipes)	Pirolisis	300 °C en N ₂ por 2 h	C ₆ H ₈ O ₇	Azul de metileno	395 mg/g (dosis = 1 g/L; T=30°C; pH = 10; t = 12 h)	Atracción electrost.	Xu et al., (2016)
	HTC	200 °C a 20 bar por 10 h	H ₂ SO ₄	-	Otor uso, supercondensador	Atracción de cargas	Kurniawan et al., (2015)
	HTC	240 °C a 40 MPa por 24 h	-	-	Formación de microesferas de carbón	Poder calorífico	Gao et al., (2013)
	Pirolisis	700 °C en N ₂ por 2 h	Fe ₂ (SO ₄) ₃	Cd(II)	46.5 mg/g (dosis = 0.1 g/L; T=35°C; pH =6; t = 6 h)	Intercambio iónico	Liu et al., (2020)

1.6. Justificación

Establecer la necesidad de desarrollar o implementar materiales adsorbentes a partir de la biomasa del jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*) como estrategia de control y manejo, ya que representa una problemática ambiental y socioeconómica en el uso de cuerpos de agua. Además de ser una alternativa de bajo costo y valor agregado para el uso en la remoción de contaminantes de agua.

1.7. Objetivos

1.7.1. Objetivo general

Estudiar y evaluar la viabilidad de emplear la biomasa del jacinto de agua natural y modificado a través de tratamiento hidrotermal para la remoción de Pb(II) en solución acuosa

1.7.2. Objetivos específicos

1. Realizar un diagnóstico y monitoreo de la presencia del jacinto de agua en la presa San José
2. Preparar biosorbentes a partir de jacinto de agua
3. Optimizar las variables de síntesis de hidrochar para su empleo en la remoción de Pb(II)
4. Evaluar las propiedades fisicoquímicas y de textura de los adsorbentes obtenidos
5. Estudiar el equilibrio de adsorción de Pb(II) sobre los adsorbentes
6. Evaluar el efecto del pH y la temperatura de la solución sobre la capacidad de adsorción
7. Elucidar el mecanismo de adsorción del adsorbente natural y modificado

CAPITULO 2. DIAGNÓSTICO Y MONITOREO DE LA PRESENCIA DEL JACINTO DE AGUA (*Eichhornia crassipes*) EN LA PRESA DE SAN JOSÉ POR PERCEPCION REMOTA

2.1 Introducción

En la actualidad los recursos hídricos están experimentando importantes cambios debido a la eliminación deficiente y mal manejo de los desechos domésticos, descarga de aguas residuales y la creciente intensificación agrícola e industrial; como consecuencia de esto los cuerpos de agua sufren cambios a nivel trófico, lo que origina condiciones óptimas en la aparición de algunas especies como invertebrados, dípteros y macrófitos no muy comunes (Al-lami et al., 2021).

De acuerdo con lo anterior, una de las problemáticas que se presentan con mayor frecuencia es la aparición de maleza acuática, como lo es el jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*), que se caracteriza por una reproducción vegetativa rápida y extensa distribución, por lo cual es conocida en colonizar rápidamente nuevos cuerpos de agua causando problemas de obstrucción de la luz en las columnas de agua, reduce la concentración de oxígeno disuelto y disminuye la diversidad biológica acuática, así como también altera por completo la composición fisicoquímica del agua. Es debido a su rápida proliferación que ocasiona impactos negativos para los sistemas acuáticos; esta impide el uso y manejo de las aguas superficiales (Chander et al., 2018).

La principal cualidad del jacinto de agua es su vasto alcance y distribución en los cuerpos de agua por lo que la observación y monitoreo continuo de la proliferación es un paso sustancial hacia la gestión de los recursos hídricos (Albright et al., 2004). Una de las herramientas con mayor utilidad en la actualidad son los sistemas de información geográfica (SIG) y las aplicaciones de la teledetección

(LANDSAT), como una estrategia de cual se busca emplear datos espaciales para diagnosticar el tipo, la densidad, la naturaleza de la distribución de la vegetación y condiciones ambientales que afectan a un área poco accesibles o que abarquen grandes extensiones (Adamu et al., 2018).

En general, los datos se encuentran registrados a través de una serie de sensores remotos multiespectrales (Rasters) los cuales presentan diferentes bandas espectrales. Uno de los sensores presentes en el Landsat 8 es el Operational Land Imager (OLI), este usa 9 bandas en el espectro de la luz visible y el infrarrojo cercano. Otro de los sensores del Landsat 8, es Thermal InfraRed Sensor (TIRS), opera en el rango de infrarrojos de onda larga. El satélite proporciona imágenes con una resolución moderada que varía en diferentes bandas desde 15 m por píxel en la más precisa hasta 100 m en el infrarrojo de onda larga, donde la precisión no es vital.

Las relaciones matemáticas derivadas de los datos de reflectividad se denominan índices; estos pueden ser específicos de plantas, suelo o agua, debido a que se basan en el principio de interacción de la radiación descendente con el objeto en estudio y la relación entre la radiación incidente total y la radiación reflejada, transmitida y absorbida (Sivakumar et al., 2013).

La estimación de la biomasa basada en métodos no destructivos se conoce como índice de vegetación de diferencia normalizada (NDVI); este es utilizado como una herramienta que representan las relaciones matemáticas simples que analizan los datos espaciales de un área, ya que se caracteriza como una serie temporal que captura la variación fenológica de la superficie con vegetación, proporcionando

información adicional para la clasificación y detección de cambios estacionales (Barraza et al., 2013; Robles et al., 2015).

Los datos obtenidos a través de los SIG contribuyen a una mejor toma de decisiones por parte de los responsables en función de la fiabilidad de los datos espaciales (reflectividad), ya que la observación se logra utilizando fotografías aéreas e imágenes de sensores remotos (RS) para proyectar y monitorear las variaciones estacionales y anuales en el rango de propagación y cobertura de las plantas acuáticas, de manera que se adquiriera la capacidad de realizar una evaluación informada de las áreas severamente infestadas y se proporcionen intervenciones oportunas para su control (Everitt et al., 1999; Suarez et al., 2015; Al-lami et al., 2021).

El objetivo del actual estudio fue diferenciar y monitorear la propagación estacional del jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*) presente en el cuerpo de agua de la presa de San José en el municipio de San Luis Potosí durante los años 2018, 2019 y 2020, mediante percepción remota. Además, se evaluó el índice de vegetación diferencia normalizada (NDVI) con el apoyo de imágenes multiespectrales LANDSAT 8.

2.2 Materiales y métodos

2.2.1 Recolección del jacinto de agua

Las plantas de jacinto de agua, *Eichhornia Crassipes Eichhornia Crassipes*, empleadas para este estudio se recolectaron de dos sitios previamente establecidos identificados como: 1) Camino a la Presa de San José y 2) Cuerpo de agua principal de la Presa. La presa de San José se encuentra ubicada en la ciudad capital del estado de San Luis Potosí, México. Para la colecta de plantas, se seleccionaron al azar tramos en los que la *Eichhornia crassipes* formaba perfiles de vegetación abundante y a una distancia cercana a la zona litoral del cuerpo de agua donde se tomó la planta.

Una vez colectadas las plantas, se sacudieron y se guardaron en bolsas para transportarlas. Además, se anotaron las características abióticas de cada sitio de recolección tales como temperatura, características fisicoquímicas del agua, nutrientes y características del relieve como apoyo de referencia a la identificación de la especie. También, fueron identificados los puntos de recolección (Tabla 2.1) mediante georreferenciación. En la Figura 2.1 se ilustra el procedimiento que se llevó a cabo para la recolección de las plantas de jacinto de agua en la presa.

Tabla 2.1 Coordenadas geográficas de los puntos de recolección del jacinto de agua

Puntos de recolección	Coordenadas geográficas	
	Latitud	Longitud
1- Camino a la presa	22°08'58.7"	-101°02'37.1"
2- Borde izquierdo	22°08'58.7"	-101°03'15.4"
3- Costado de la presa	22°08'58.1"	-101°03'15.9"
4- Borde derecho	22°09'03.1"	-101°03'18.1"

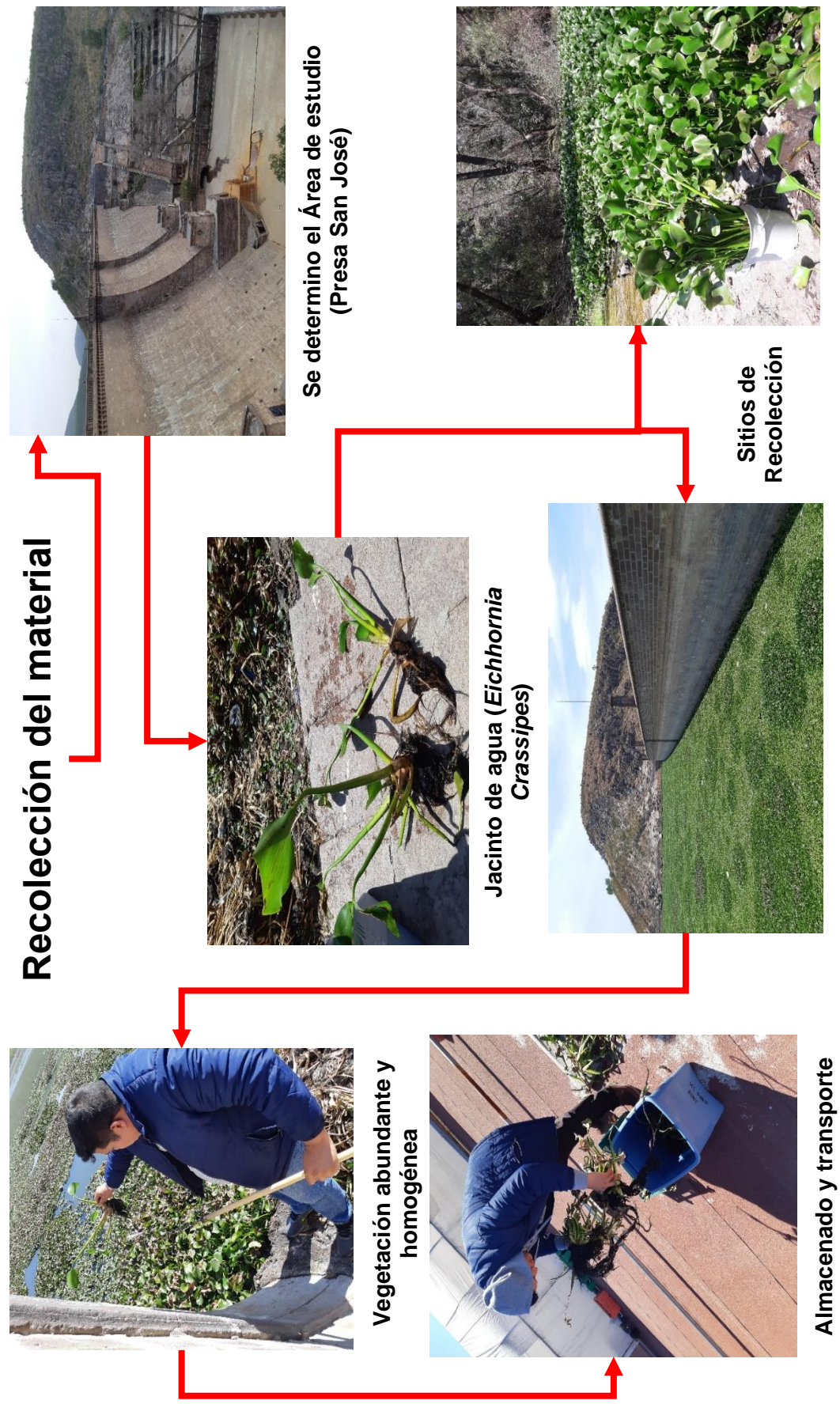


Figura 2.1 Procedimiento para la recolección del jacinto de agua en la Presa San José

2.2.2 Detección de datos de forma remota

El mapeo del jacinto de agua como cobertura en la Presa San José se realizó el cálculo del Índice Normalizado de Vegetación (NDVI por sus siglas en inglés). Alami et. al. (2021) probaron la capacidad y precisión de los sensores OLI Landsat 8 para mapear la radiancia de los jacintos de agua de otros tipos de cobertura terrestre.

Los datos de Landsat 8 OLI se utilizaron para discriminar el jacinto acuático de otros tipos de vegetación y cobertura terrestre, como tierra desnuda, plantaciones, urbanización y agua.

En la Tabla 2.3 se presenta información espectral y espacial detallada sobre las imágenes de satélite utilizadas para el análisis. Las imágenes satelitales sin nubes que cubren la presa San José se adquirieron libremente de cada archivo de la serie Landsat en línea gestionadas por el sitio web del Servicio Geológico de los Estados Unidos (USGS) correspondientes en las siguientes fechas presentadas en la Tabla 2.2.

Tabla 2.2 Fechas de captura vía remota

Estación del año	Fecha de Captura
Invierno	27 Enero 2019 / 02 Marzo 2020
Primavera	17 Abril 2019 / 08 Junio 2020
Verano	19 Julio 2018 / 06 Julio 2019
Otoño	08 Noviembre 2018 / 10 Octubre 2019

Tabla 2.3 Propiedades de la imagen Landsat 8 ETM

Banda No.	Tipo de Banda	
		B4
Trabajo de Banda	Rojo	IR
Rango de Longitud de onda (nm)	636-673	851-879
Sensor	Generador de imágenes de tierra operativo OLI	
Resolución	30 m	

Fuente: USGS, 2020

Todo el procesamiento de datos de teledetección se realizó utilizando ArcMap en software GIS versión 10.5. El cálculo del NDVI fue realizado por la herramienta “Raster Calculator” del conjunto de herramientas “Spatial Analyst Tools” utilizando las bandas B4 (rojo) y B5 (infrarrojo) para cada una de las imágenes, como se muestra en la siguiente ecuación:

$$NDVI = (IR - Rojo) / (IR + Rojo) \quad \text{Ec. 4}$$

El NDVI tiene un rango de (-1 y +1). En donde valores negativos (-1 a 0) corresponden a sin vegetación; los valores de 0.1 a 0.2 pertenecen a suelo abierto; de 0.2 a 0.4 a vegetación escasa; de 0.4 a 0.6 a vegetación moderada; y por último los valores del 0.6 a 1 pertenecen a vegetación densa.

2.3. Discusión de resultados

2.3.1. Descripción del área de estudio

La recolección de muestras de jacinto de agua se realizó en la presa de San José de acuerdo con las necesidades del proyecto para obtener la biomasa con la que se realizó los. La presa San José (ver Figura 2.2) se encuentra ubicada al occidente de la ciudad capital de San Luis Potosí y se llega hasta su ubicación por el camino a la presa de San José situada experimentos a 250 metros del anillo periférico. La presencia del jacinto de agua se identificó realizando un recorrido de 2.5 km sobre el camino a la presa observando las inmediaciones hasta llegar al cuerpo de agua principal y cortina de la presa.

La Presa San José cuenta con más de cien metros de largo sobre todo el estrecho, treinta y dos metros de altura y entre siete u ocho metros de espesor construida en piedra de cantera. A la fecha cuenta con capacidad máxima de 7.3 millones de m³ de agua, las cuales se utilizan en riego y abastecimiento de agua potable a una parte de la ciudad de San Luis Potosí, además de algunos bordos cuyas aguas se emplean en servicio doméstico de las comunidades aledañas de Mexquitic y Escalerillas. El abastecimiento principal del cuerpo de agua está dado por la región hidrográfica “El Salado”, la temperatura media anual en la región es de 18 °C y la precipitación total anual es de 400 mm creando corrientes intermitentes sobre lo que era la continuación del paso de agua hasta el río Santiago. Por consiguiente, esto establece un hábitat y facilita las condiciones favorables en la que se puede encontrar esta especie.

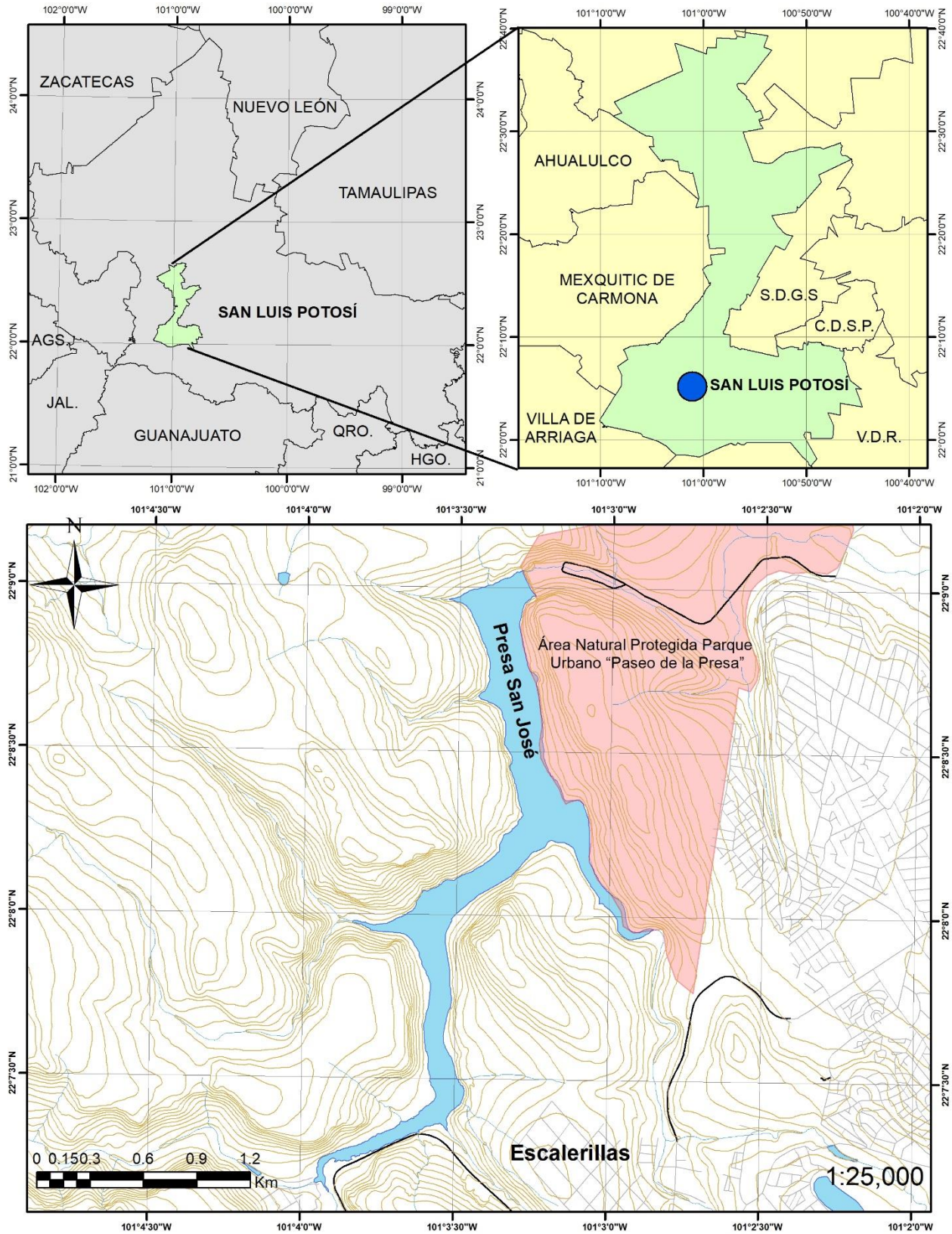


Figura 2.2. Área de estudio y ubicación de la presa de San José

2.3.2. Identificación de especie de la planta acuática ‘Jacinto de Agua’

De acuerdo los investigadores Correll & Johnston (1970) se identificó y determinó la especie Jacinto de agua, *Eichhornia Crassipes*(Mart.) Solms. A continuación, se en marca una descripción técnica de la planta.

La estructura de la flor presenta una posición terminal con un péndulo alargado subtendido por dos brácteas. La bráctea más baja tiene una lámina distinta de la otra. Cada estipula tiene entre 4 y 25 flores (máximo 35), las flores son sésiles, estas cuentan con 6 pétalos de color azul purpura o lavanda ovals u oblongos de 4 cm de longitud, hasta llegar a la parte superior donde se encuentra el labelo que cuenta con una región en forma geométrica, rodeada de un borde azul con líneas difundidas de color amarillo. Como se muestra en la Figura 2.3 la flor del jacinto de agua.



Figura 2.3. Flor de Jacinto de Agua *Eichhornia Crassipes* (Mart.) Solms

En la Figura 2.4 se muestran las hojas del Jacinto de Agua que consisten en peciolo largos y cilíndricos con un grosor de 2 a 5 cm, la forma de la hoja particularmente es redonda, ovoide o en forma de riñón con un promedio de 12 cm de ancho y de aproximadamente 16 cm de largo. La base del peciolo de todas las hojas que presenta se encuentra encerradas en un estipula de 6 cm de largo. La planta exhibe una disposición circular de hojas en las que todas se encuentran a la misma altura (roseta basal).



Figura 2.4. Hojas del Jacinto de Agua, *Eichhornia Crassipes* (Mart.) Solms

En la Figura 2.5 se muestran los tallos de esta planta, éstas pueden crecer de manera reducida si se encuentra en cuerpo de aguas pequeños, sin embargo, al encontrarse en lugares con suficientes cargas de nutriente y espacio suelen crecer de 20 a 30 cm de largos, los tallos yerguen sobre la superficie del agua y, presentan características esponjosas membranosa, alargadas las cual les permite su flotabilidad. Estas crecen a un ángulo de 60° y permanece en ese ángulo en soportes densos doblándose hacia arriba, en soporte abiertos llegan a ser horizontal.



Figura 2.5. Tallos del Jacinto de Agua, *Eichhornia Crassipes* (Mart.) Solms

En la Figura 2.6 se observan las raíces, en donde presentan característica en forma de plumas o fibras de color negro, estas se desarrollan en la base de cada hoja y forman una masa densa; generalmente de 20-60 cm de largo, aunque pueden extenderse hasta 300 cm. La proporción de raíz a brote depende de las condiciones de nutrientes, y en condiciones de bajos nutrientes pueden representar más del 60% del peso total de la planta. Son de color blanco cuando se forman en la oscuridad total, pero a menudo de color negras en condiciones de campo, especialmente en condiciones de altos nutrientes.



Figura 2.6. Las raíces del Jacinto de Agua, *Eichhornia Crassipes* (Mart.) Solms.

En la Figura 2.7.a se observan los retoños que se forman en la planta *E. crassipes*, que consisten en una bifurcación, rizoma estolonífero, de 6 cm de diámetro y hasta 30 cm de longitud que presenta varios entrenudos cortos. Cada nudo lleva una hoja y raíces. Los brotes axilares pueden formar estolones. Ya que su reproducción es asexual, la formación de estolones favorece la creación de una nueva planta. El fruto es una cápsula como se muestra en la Figura 2.7.b. El número de semillas maduras por cápsula es de 450, miden 4 x 1 mm de base oval y ápice (Batcher, 2001).



a)



b)

Figura 2.7. Semillas del Jacinto de Agua, *Eichhornia Crassipes* (Mart.) Solms

2.3.3. Monitoreo remoto del jacinto de agua basado en NDVI

El monitoreo de Jacinto de agua (*Eichhornia Crassipes*) sobre la Presa San José se llevó a cabo con los datos satelitales multiespectrales de Landsat 8 OLI se detectó la distribución espacial del jacinto de agua en el ecosistema de agua dulce y se llevó a cabo la cartografía de dicha cobertura. La discriminación del jacinto de agua sobre la vegetación nativa circundante del cuerpo de agua se confirmó con fotografías in situ.

A continuación, se observa en la Fig. 2.8 y 2.9 el monitoreo del jacinto de agua como cobertura vegetal sobre la Presa San José en el año 2018. Se muestran dos fechas que representan cada estación del año, 19 de julio y 08 noviembre que corresponden verano y otoño, respectivamente. Con ayuda del Índice NDVI los valores -1 a 0.1 indican “sin vegetación”, en este caso confirmado con visitas in situ comprueba la superficie de agua sin cobertura de jacinto de agua. Así mismo, podemos observar valores pertenecientes a “vegetación moderada”, lo cual indica presencia de jacinto de agua, también confirmado con visita en campo, sin embargo, durante verano factores como el desazolve de la presa influyo en la disminución de la cobertura, así como las lluvias durante la época del año.

Por otro lado, durante otoño, la cobertura de vegetación moderada pertenece al jacinto de agua en una etapa madura en donde su ciclo de vida está por concluir, por lo que se puede observar la acumulación de jacinto sobre la compuerta de la presa.

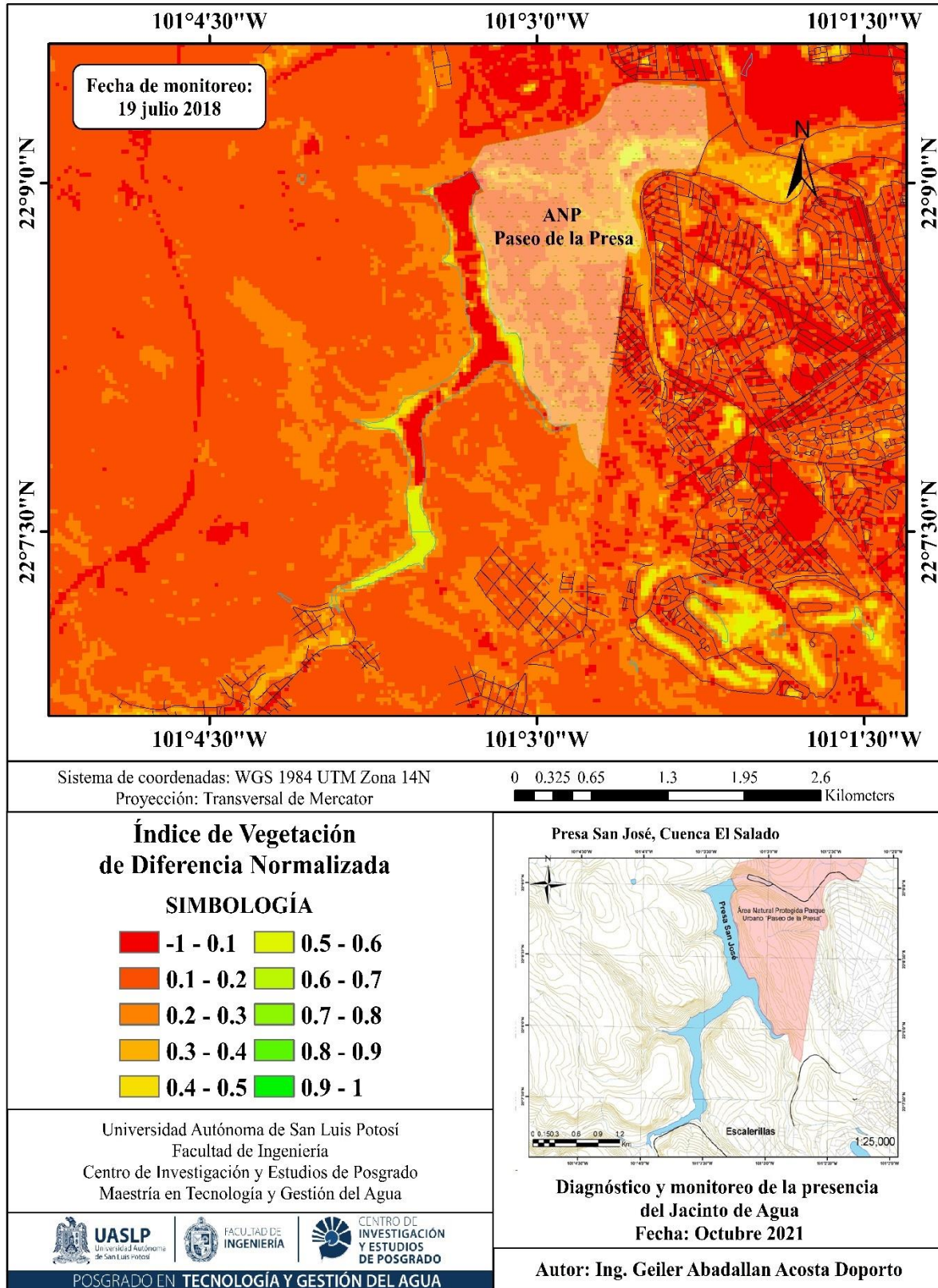


Figura 2.8. Monitoreo NDVI sobre la Presa San José el 19 de julio del 2018.

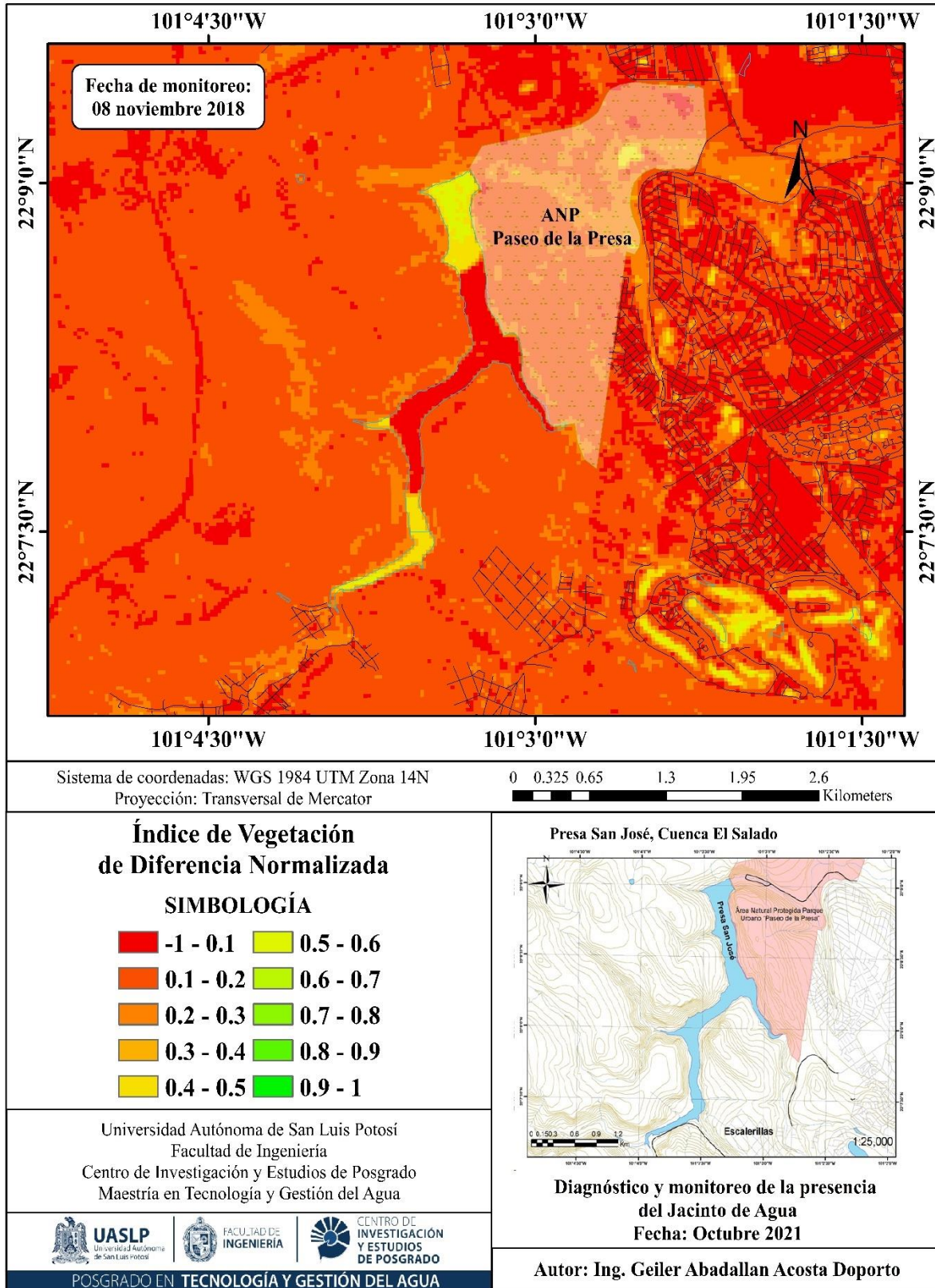


Figura 2.9. Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 08 de noviembre del 2018

En las Figuras 2.10 a 2.13 se pueden observar el monitoreo del jacinto de agua durante el año 2019, en este, se realizó la cartografía de cuatro fechas que representan cada estación del año: 27 enero, 17 abril, 6 julio y 10 octubre, correspondientes a invierno, primavera, verano y otoño, respectivamente.

Durante invierno se puede observar la categoría de “sin vegetación”, en donde corresponde a la superficie del agua en gran parte de la presa, por consiguiente, se puede observar “suelo abierto” predomina en el resto de la superficie.

De acuerdo con la época, la ausencia de condiciones óptimas para el crecimiento del jacinto de agua influye en el predominio de una superficie libre de cobertura. Por el contrario, se puede observar que durante primavera existe una acumulación de jacinto de agua en la compuerta, lo que indica una distribución de jacinto de agua mayor, debido al aumento de condiciones climatológicas que favorecen el crecimiento vegetal sobre la superficie de la presa.

El crecimiento del jacinto de agua se ve favorecido con forme a los factores climatológicos como lo son las precipitaciones y temperaturas medias. Durante verano e invierno se observa una cubierta de vegetación escasa y moderada en gran parte de la superficie de la presa.

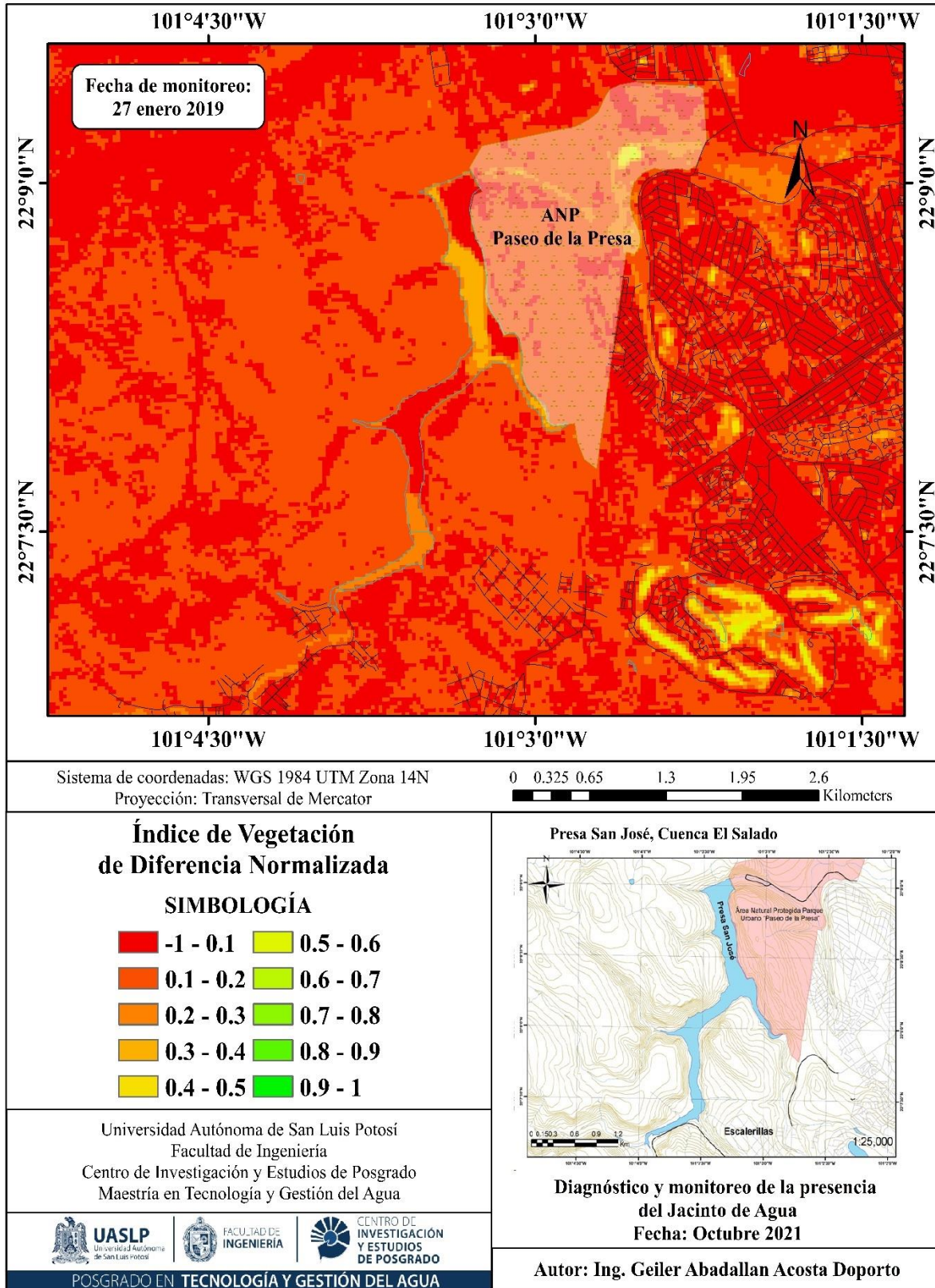


Figura 2.10. Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 27 de enero del 2019

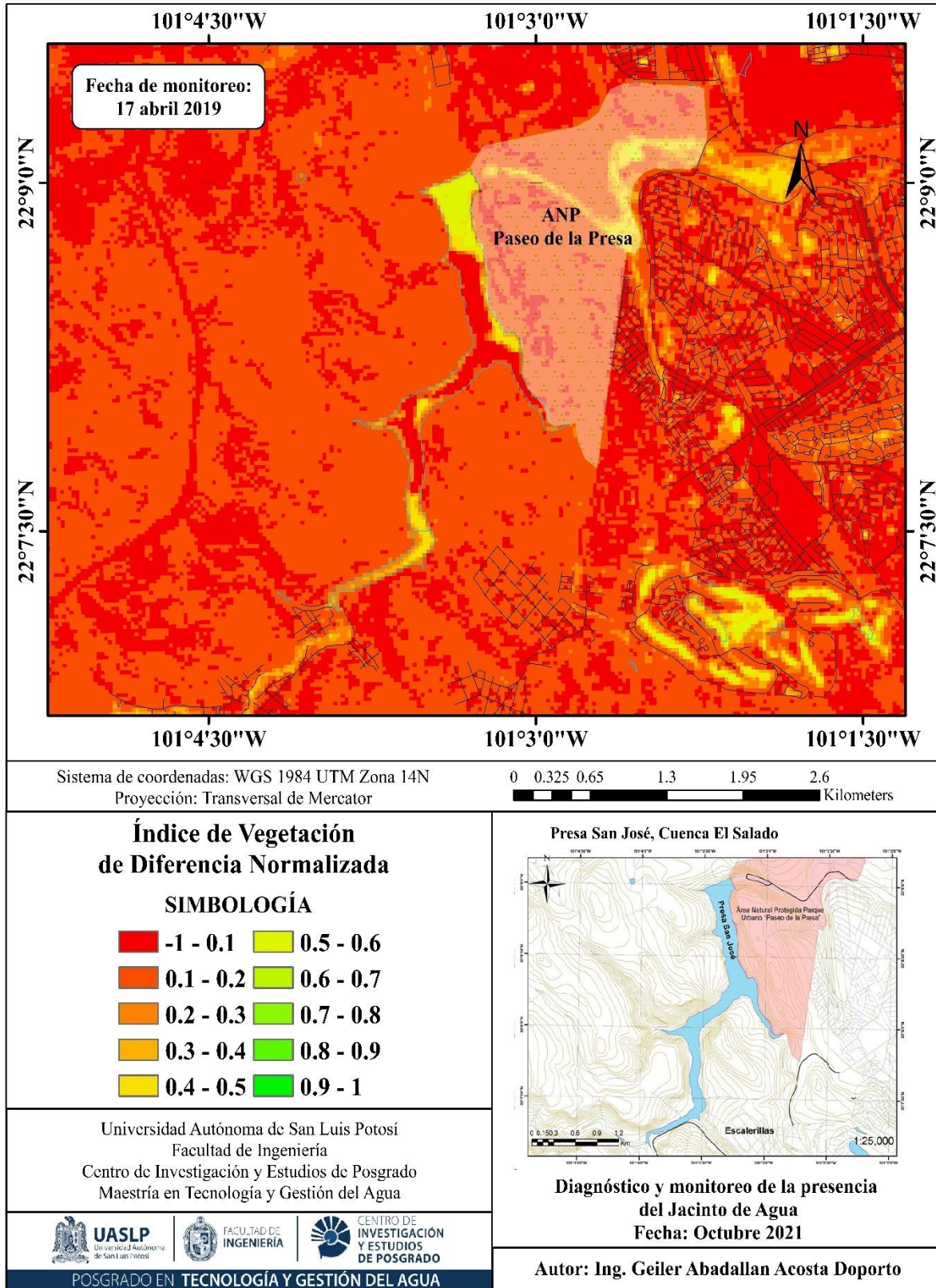


Figura 2.11. Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 17 de abril del 2019

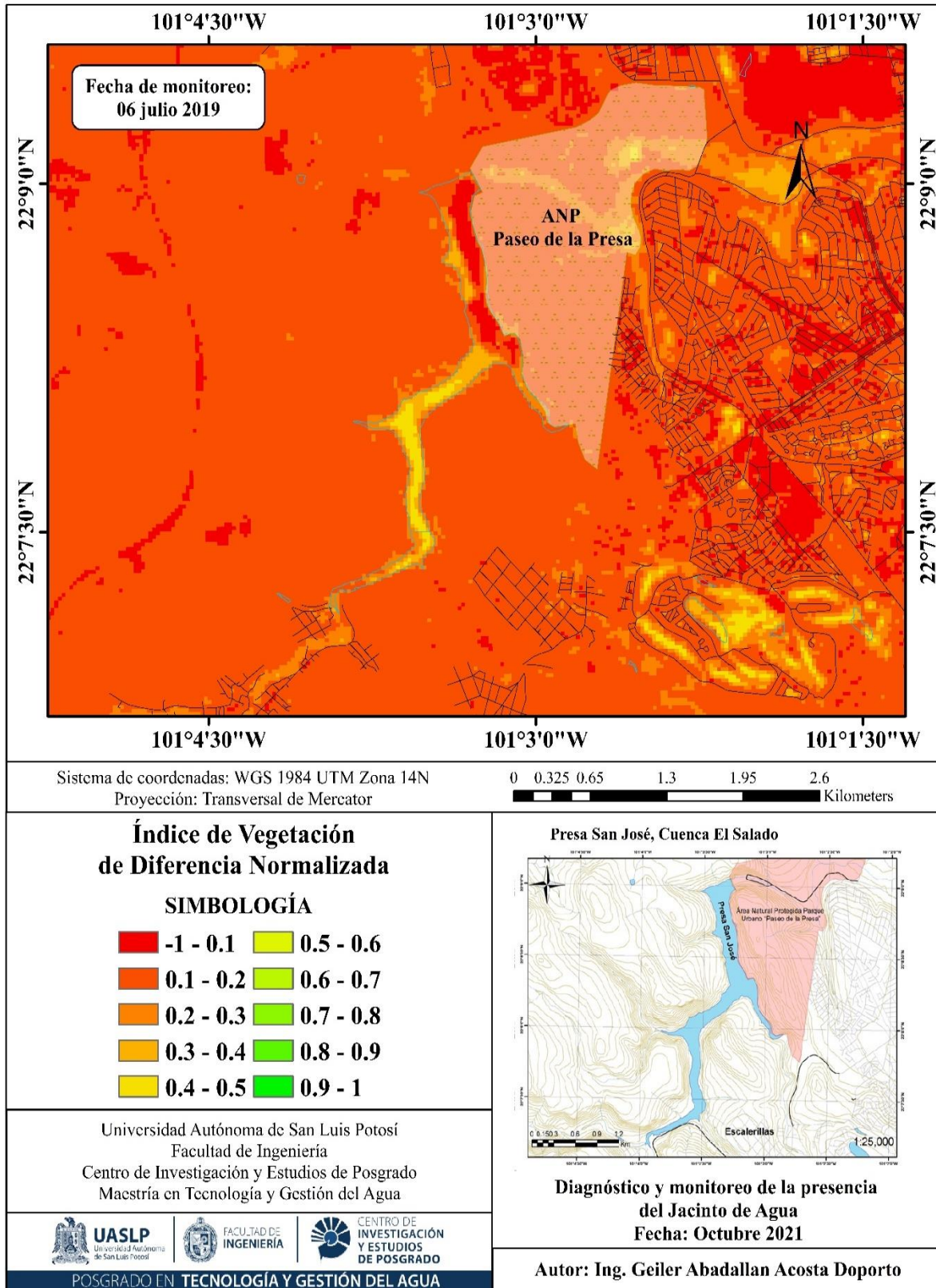


Figura 2.10. Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 06 de julio del 2019

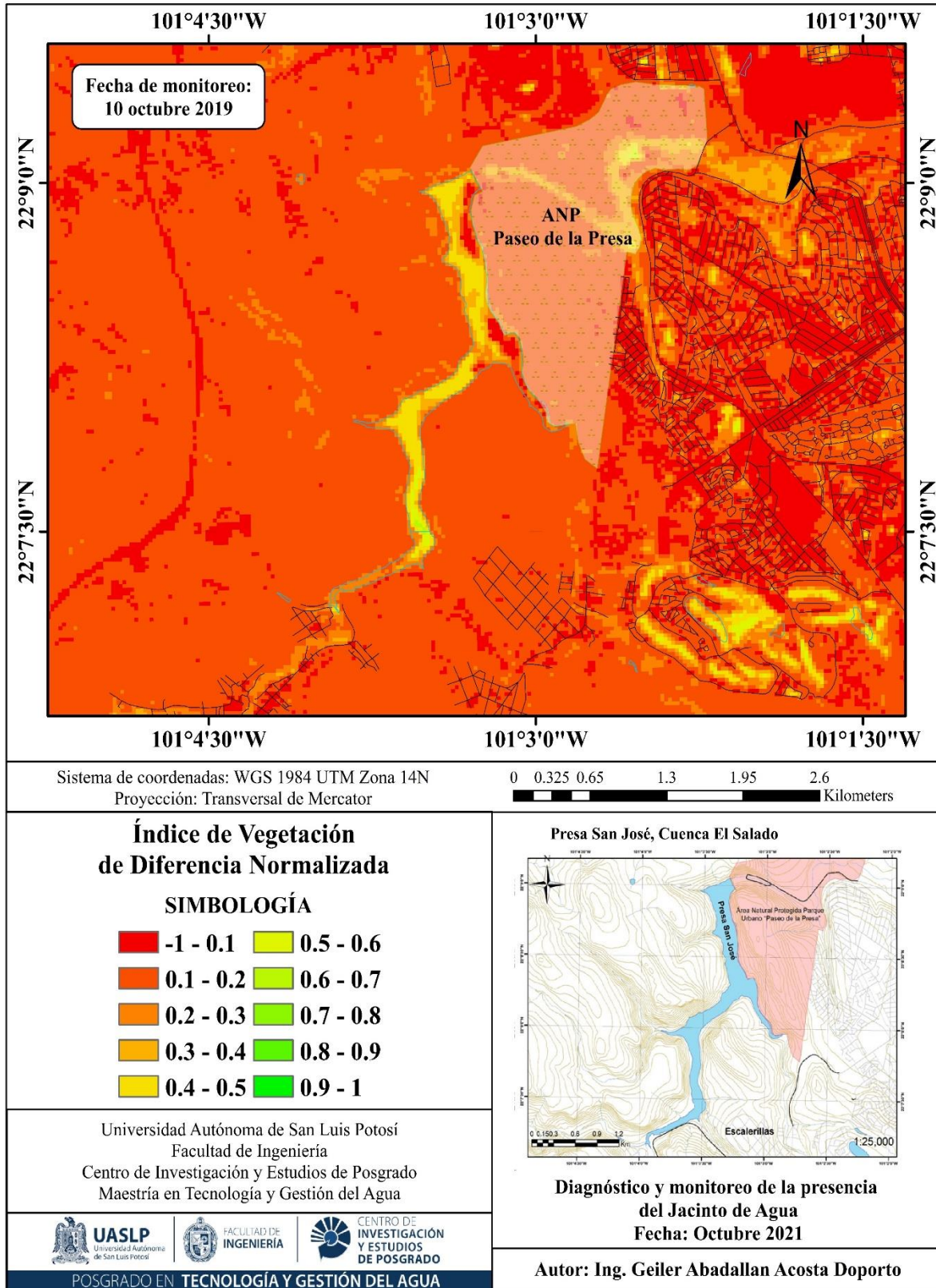


Figura 2.13. Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 10 de octubre del 2019.

En la Figura 2.14 y 2.15 se puede observar el monitoreo del jacinto de agua durante el año 2020, del cual se cartografiaron dos fechas 2 marzo y 8 de junio que representan invierno y primavera, respectivamente. Se puede observar una acumulación de vegetación escasa y moderada en la compuerta de la presa, el cual es una cobertura significativa sobre la presa, favorecida por las condiciones climatológicas además de factores antrópicos como la contaminación del agua, dando así una dosis de sustrato que favorece la velocidad de crecimiento del jacinto de agua.

La cobertura de las plantas acuáticas sobre la Presa San José fue cuantificada en función con la reflexión espectral (Rouse et al., 1974). El área total de la presa es de 0.82 km², se realizó una cuantificación del área correspondiente a cada categoría de la vegetación presente en la superficie de la presa.

El porcentaje de cobertura fue categorizada de acuerdo con el rango de valores como se observa en la Tabla 2.4. En donde la vegetación densa tiene un porcentaje de cero a excepción de las fechas del 10 de octubre 2019 y 8 de junio 2018, con valores de 0.1 y 0.6 %, respectivamente.

Además, se puede observar que la mayor cobertura de superficie en todas las fechas corresponde a vegetación escasa (0.2 a 0.4) seguido de “sin vegetación” (-1 a 0.1) que en este caso representa la superficie de agua y vegetación moderada (0.2 a 0.4).

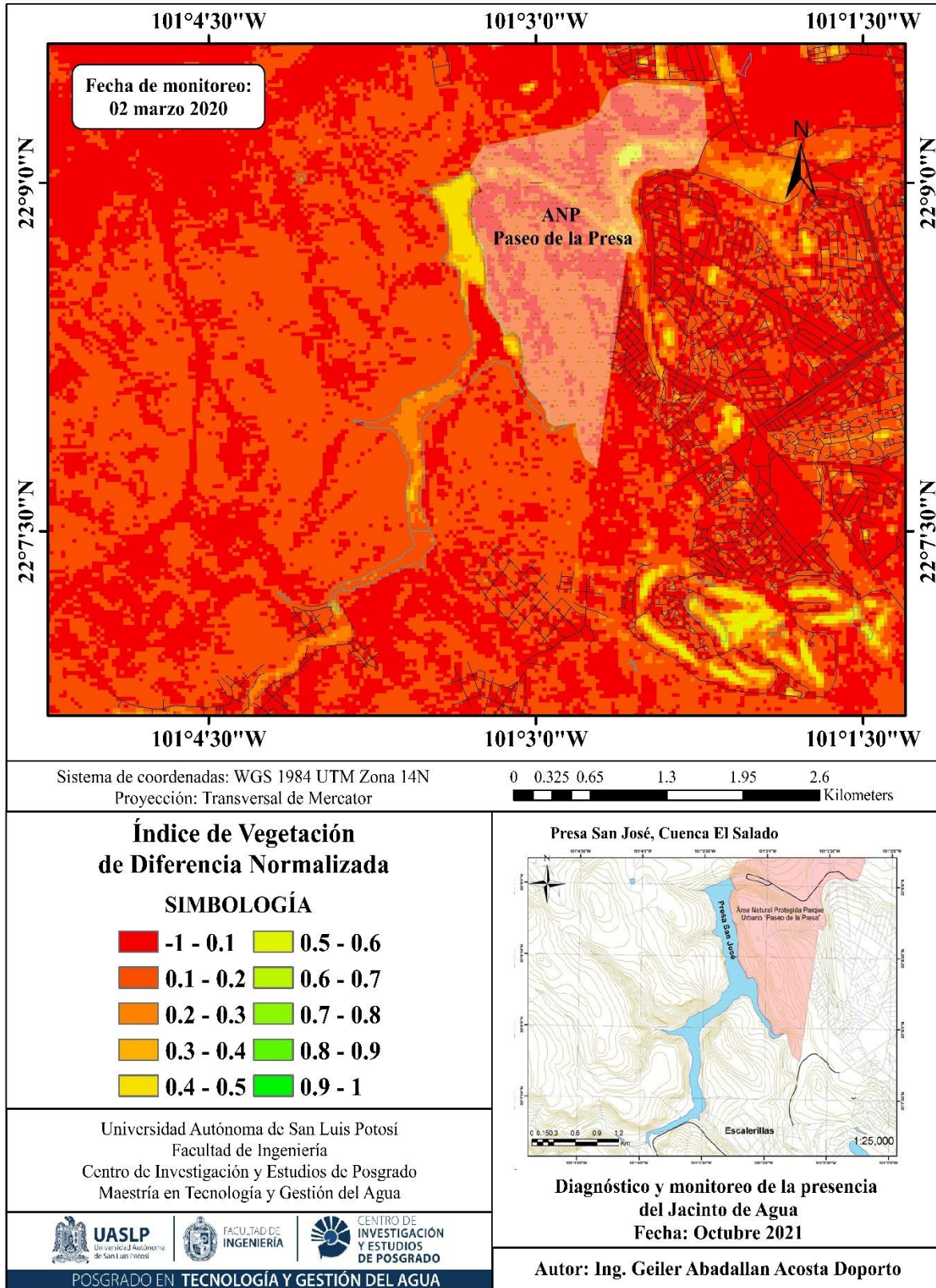


Figura 2.14. Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 02 de marzo del 2020.

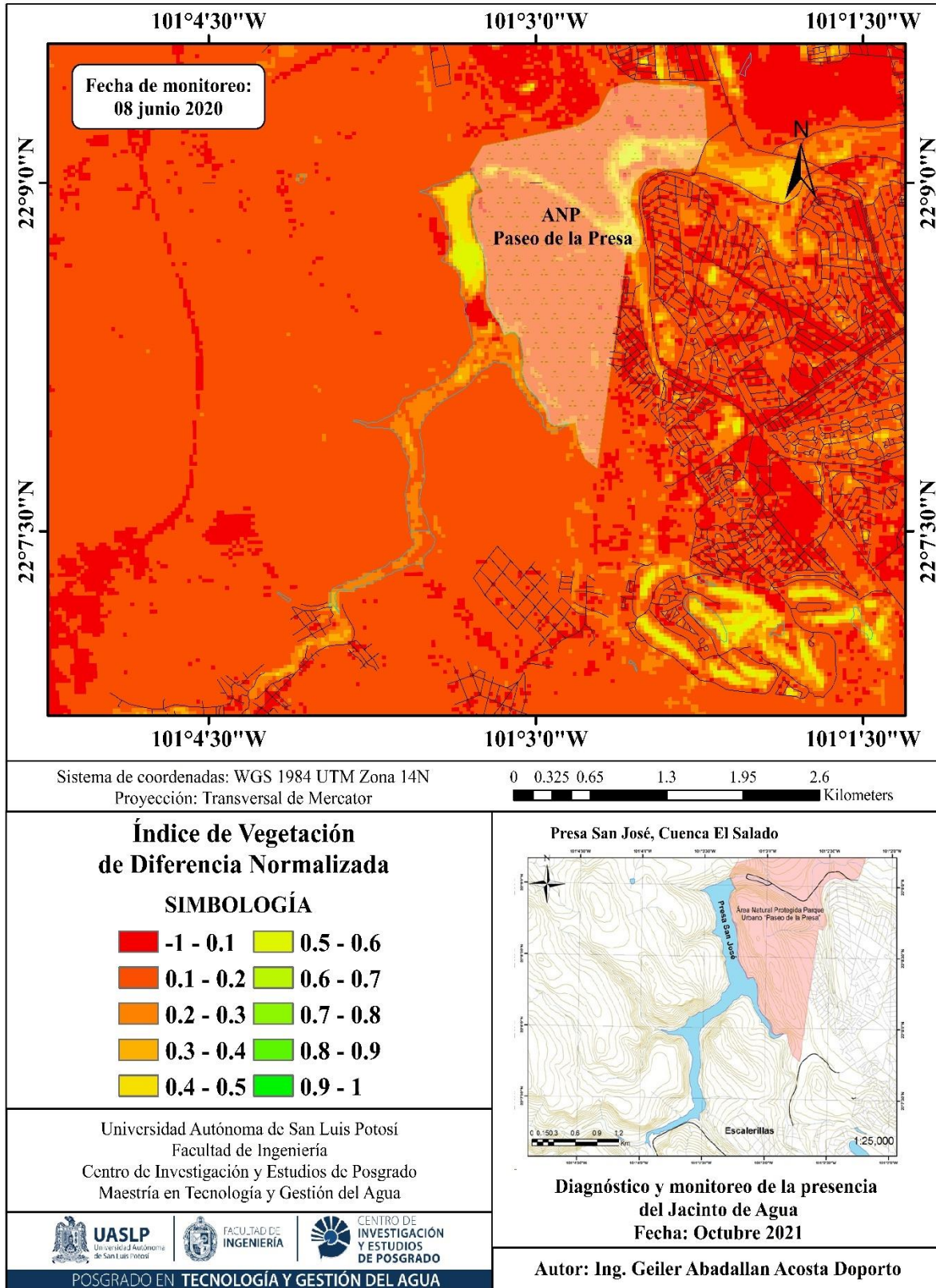


Figura 2.14. Monitoreo NDVI sobre la Presa San José del 08 de junio del 2020.

A continuación, se puede observar en la Tabla 2.4 el porcentaje del área de cada categoría de la cobertura de vegetación en la Presa San José, que representa la distribución y crecimiento del jacinto de agua. En donde, el 17 de abril del 2019 tiene un mayor porcentaje de vegetación moderada, con 31.9% de cobertura sobre la superficie, seguido de un 44.2% sin cobertura.

También, podemos observar una cobertura del 31.3% de vegetación moderada y un 54.3% sin cobertura en la fecha 8 noviembre del 2018. En la fecha 8 de junio 2020, se observa una cobertura del 51% de vegetación escasa sobre la superficie de la presa, seguido de las fechas del 10 octubre y 27 de enero del año 2019 con valores de 46.3 y 45%, respectivamente.

Tabla 2.4 Porcentaje de la superficie de la presa cubierta por el jacinto de agua flotante

Estación del año	Invierno		Primavera		Verano		Otoño	
	27-ene-19	2-mar-20	17-abr-19	8-jun-20	19-jul-18	6-jul-19	8-nov-18	10-oct-19
Fecha de captura	%							
Vegetación densa	0	0	0	0.1	0	0	0	0.6
Vegetación moderada	0	19.7	31.9	20.1	28.2	19.4	31.3	37.8
Vegetación escasa	45	31.3	16.2	51.0	17.8	44.3	8	46.3
Suelo abierto	11	33	7.9	24.2	13	14.2	6.3	7.2
Sin vegetación	43.9	16	44.2	4.6	41.2	22.5	54.3	8.2

2.4. Conclusiones

En este trabajo se realizó el monitoreo del jacinto de agua (*Eichhornia Crassipes*) sobre la Presa San José con los datos de teledetección de los sensores OLI Landsat 8, basado en el NDVI.

El monitoreo del jacinto de agua sobre la superficie de la Presa San José demostró la capacidad y precisión de teledetección remota de la vegetación, en donde se observó el área de cobertura sobre la superficie, la proliferación y distribución del jacinto de agua es influenciado por factores climatológicos, así como antrópicos. En donde el monitoreo durante los diferentes años demuestra que existe una influencia de los factores climatológicos en la proliferación del jacinto, siendo primavera y verano las estaciones con mayor porcentaje de cobertura en la superficie de vegetación moderada y escasa.

También, la salud del sistema acuático es un paso importante y vital para asegurar la disponibilidad de agua potable como fuente principal para las personas, ya que el área de estudio está cercana a la ciudad de San Luis Potosí. Por lo que, su mal manejo y mala implementación de tratamientos podría ocasionar problemáticas más graves como daños a la salud humana.

Por otra parte, a través de aplicaciones prácticas en la imagen Landsat 8 y utilizando herramientas de calculadora de mapas en ARC GIS, se utilizan y evalúan diferentes índices; sin embargo, para este estudio para detectar e identificar la planta de jacinto de agua el NDVI fue considerada como el mejor indicador para distinguir la macrófitas acuática obteniendo valores de precisión de 89 al 98%, respectivamente.

CAPITULO 3. EQUILIBRIO DE BIOSORCION DE Pb(II) SOBRE BIOMASA NATURAL DE JACINTO DE AGUA

3.1 Introducción

Como efecto del aumento de las actividades industriales y sus desechos por consecuencia, los metales pesados se han convertido en un grave problema ambiental (Akhtar et al., 2004) causando diversos impactos desfavorables en los ecosistemas terrestres y acuáticos. Algunos de los contaminantes de mayor interés como plomo, mercurio, cadmio, arsénico y cromo, son estudiados por su elevada toxicidad, su resistencia en el medio y su alta movilidad ya que estos resultan muy dañinos para la salud humana y para la mayoría de las formas de vida; la peligrosidad de éstos es mayor al no ser química ni biológicamente degradables (Bailey et al., 1999).

El plomo es uno de los cuatro metales que tienen un mayor efecto dañino sobre la salud humana. En la actualidad se puede exponer a cantidades de plomo a través de los alimentos que se consumen (65%), agua (20%) y aire (15%) (Emsley, 2003). Además, puede ser adsorbido a través de la ingesta, inhalación, contacto cutáneo o transferido por la madre en estado gestacional. Los niveles del plomo total adsorbido por los adultos se deben a los alimentos y agua de mala calidad ingeridos, esto conlleva a la acumulación de plomo en los órganos que pueden causar daños principalmente al sistema nervioso central, así como anemia, mal funcionamiento de los riñones, daño en los tejidos del cerebro e incluso la muerte por intoxicación aguda (Sreejalekshmi et al., 2009). La eliminación del plomo acumulado en el cuerpo es tratable hoy en día con la medicina moderna, aunque el daño causado es irreversible.

Los metales pesados como el Plomo se pueden eliminar precipitándolos en forma de hidróxidos a valores de pH elevados (Forstner y Wittmann, 1983; Cushnie, 1984). Sin embargo, esto representa diversos inconvenientes ya que se generan nuevos productos (lodos contaminados) o simplemente transfieren el metal de un medio a otro, sin propiciar la solución definitiva del problema. Actualmente el uso de adsorbentes a base de biomasa vegetal se consideran una alternativa al proceso de tratamiento de aguas convencional, como la precipitación, el intercambio iónico y la filtración por membrana, ya que estos procesos tienen limitaciones técnicas y económicas altas que inhiben su uso a gran escala. Por otra parte, la biosorción empleando biomasa vegetal resulta una opción interesante, ya que pueden ser regenerados, reutilizados y son selectivos, eficientes, baratos y competitivos con los de los productos artificiales o comerciales (Barros et al., 2007)

El empleo de diferente biomasa vegetal natural y modificada para la eliminación de Plomo en solución ha sido reportada por diferentes autores, resaltando el quitosano (Masri et al., 1974); cáscara de maní (Randall et al., 1978); lignina (Srivastava et al., 1994) algas (Leusch et al., 1995); aserrín de pino blanco (Salazar-Rábago, 2011); jacinto de agua (Ibrahim et al., 2012); lodos y biosólidos (Chanaka Udayanga et al., 2018). Joseph et al. (2019) realizaron una reciente revisión donde mencionaron algunos usos de los materiales naturales de bajo costo utilizados en la última década para la biosorción de metales pesados, estos los dividieron en cuatro grandes categorías: desechos agrícolas, que incluyen varios tipos de desechos residuales de nueces (*p. Ej.*, Maní, anacardo, pistacho, *etc.*), junto con materiales de desecho de frutas y verduras (*p. Ej.*, paja de arroz, maíz, naranja, cáscaras de plátano, limones, remolachas, toronjas, *etc.*); suelos naturales y

depósitos minerales; biomasa acuática y terrestre (p. ej., algas, jacintos de agua, árboles, etc.); y otros materiales de desecho que se encuentran comúnmente en los países en desarrollo (p. ej., desechos de té, conchas marinas locales, subproductos industriales, etc.).

En los últimos años la biomasa más utilizada ha sido la de algunos macrocitos acuáticos, se ha prestado gran atención al jacinto de agua (*Eichhornia crassipes* Mart. Solms) ya que es una maleza flotante libre de amplia distribución que causa problemas de obstrucción de la luz en las columnas de agua, reduce la concentración de oxígeno disuelto y disminuye la diversidad biológica acuática, así como también altera por completo la composición fisicoquímica del agua. El rápido crecimiento de esta planta permite una producción de biomasa que supera con creces el rendimiento de la mayoría de los cultivos agrícolas productivos (Schneider, 1999). Esta característica lo hace un precursor accesible, de bajo costo y naturaleza lignocelulósica adecuada, lo que facilita crear adsorbentes útiles y valor agregado (Ver Tabla 1.4 y 1.5 en la Sección 1.4.3).

Por lo que, el objetivo del presente capítulo fue el estudiar la biosorción de plomo sobre la biomasa natural seca de jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*), así como determinar las características fisicoquímicas y de superficie. Además, se analizó el efecto de pH y temperatura sobre la capacidad de remoción de Pb (II) en solución acuosa mediante pruebas de lotes; los datos experimentales obtenidos se predijeron empleando diversos modelos de isotermas de adsorción, y así poder establecer las condiciones óptimas para utilizarlo como material biosorbentes de contaminantes, como el Pb (II), elemento de interés en este estudio.

3.2 Metodología experimental

3.2.1 Recolección de las muestras

Para este estudio las plantas de jacinto de agua utilizadas fueron previamente recolectadas de dos sitios en la presa de San José del municipio de San Luis Potosí, S.L.P, dicho procedimiento se encuentra descrito y detallado a fondo en la Sección 2.2.1

3.2.2 Pretratamiento del Jacinto de agua

Para que las plantas de jacinto de agua perdieran una considerable cantidad de agua se efectuó un proceso de drenado estático mediante secado al aire libre (temperatura ambiente) durante 48 horas. La planta de jacinto se lavó con abundante agua de grifo, hasta no ver ni un residuo, partículas de tierra y material suspendido y enseguida se lavó varias veces con agua desionizada con el fin de eliminar impurezas en la superficie de la planta. Luego se realizó una separación de las hojas, tallos y raíces con finalidad de preparar diferentes adsorbentes. Posteriormente, se colocaron en una estufa para secar las muestras a una temperatura de 80 °C por 24 horas. Las diferentes partes del jacinto hoja, tallo y raíz obtenidas se trituraron con un molino manual hasta obtener un tamaño de partícula promedio de 0.250 mm y fueron denominadas Ho, Ta y Ra, respectivamente. Finalmente, el jacinto secó y separado se guardó en recipientes de polipropileno para su posterior uso.

3.2.3 Adsorbato

La solución patrón de 1000 mg/L de Pb (II) se preparó agregando 1.6 g de Nitrato de plomo de la marca CTR Scientific, a un matraz volumétrico de 1000 mL y aforando hasta la marca con agua desionizada. Se empleó agua desionizada para evitar interferencia de otros iones.

3.2.4 Adsorbedor experimental de lote

Los datos experimentales del equilibrio de adsorción del Pb (II) sobre la biomasa de jacinto de agua natural, se obtuvieron en un adsorbedor de lote (Figura 3.1). El adsorbedor de lote consta de tubos de polipropileno de centrifuga de 50 mL al cual se añadió un determinado volumen de solución del adsorbato [3] y una cierta masa del adsorbente [4]. El adsorbedor se sumergió en un baño a temperatura constante de 25°C. Este baño consto de un recipiente de acrílico [1] y un recirculador de agua [2] para mantener la temperatura. El adsorbedor se mezcló en un shaker orbital dos veces al día para agitar por completo la solución y adsorbente.

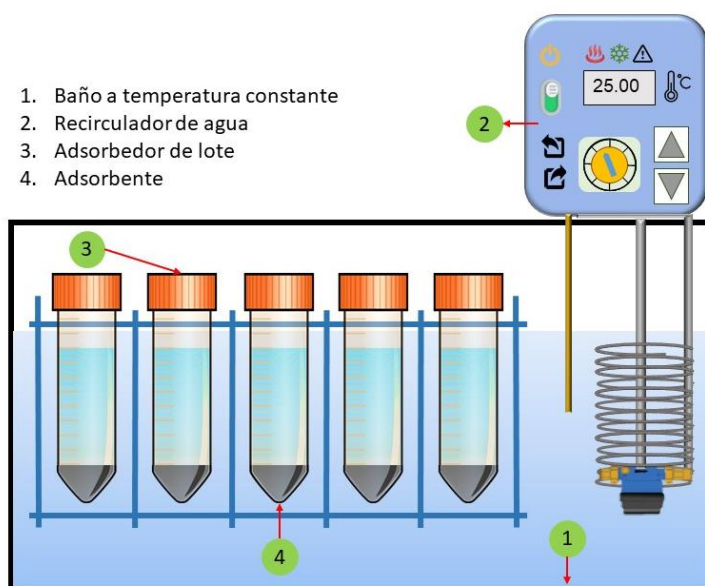


Figura 3.1. Adsorbedor de lote experimental.

3.2.5 Caracterización de la biomasa del jacinto de agua

3.2.5.1 Análisis de la superficie por Microscopía Electrónica de Barrido

La superficie y la morfología de la biomasa de jacinto de agua se observaron por medio de un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB), marca Jeol modelo JSM-6610L, que está equipado con un sistema de microanálisis Link/ISIS-OXFORD de energía dispersa EDS para realizar análisis cualitativo elemental de la superficie. Se fijaron algunas condiciones de trabajo en el MEB: voltaje de aceleración, tamaño de abertura (spotsize), corriente en la muestra y distancia de trabajo. Estas condiciones mejoran la calidad de la imagen y se obtiene una mayor eficiencia del equipo. El procedimiento se describe a continuación: Antes del análisis, la muestra de jacinto de agua se secó en una estufa a 110°C por 24 horas, para eliminar la humedad. Enseguida, la muestra se fijó uniformemente sobre una película de carbón conductor adherida a un porta muestras de aluminio, que posteriormente se recubrió con oro o carbón como volatilización de plasma al vacío. Luego, el porta muestras se introdujo en el interior de la cámara del microscopio donde se bombardeó con un haz de electrones. Las señales que son emitidas por las muestras son recolectadas por los detectores correspondientes. La superficie se observó mediante el empleo de electrones secundarios, los cuales revelaron los detalles superficiales de las partículas y la composición elemental superficial se determinó por espectrofotometría de fluorescencia de rayos X.

3.2.5.2 Análisis por fisisorción de nitrógeno

Las propiedades de textura (área específica, volumen de los poros y diámetro promedio de los poros) se determinaron por medio de un equipo de fisisorción,

marca *Micromeritics*, modelo *ASAP 2020*. El funcionamiento de este equipo se fundamenta en el método de adsorción de nitrógeno a temperatura cercana al punto de ebullición del N_2 (77 K). La determinación del área específica se efectuó por el método propuesto por Brunauer, Emmett y Teller (BET). En el equipo de fisisorción se determinó el volumen del N_2 adsorbido (V) a diferentes presiones de N_2 en el equilibrio (P). Normalmente, el volumen del N_2 está referido a la temperatura y presión total estándares (0 °C y 1 atm) y se grafica contra la presión de N_2 .

Los datos experimentales del equilibrio de adsorción de N_2 se obtuvieron de acuerdo con el procedimiento siguiente. La porta muestra limpio y seco, se tapó con un tapón de hule o “sello filtrante” y enseguida, se colocó en el puerto de desgasificación del equipo y se aplicó vacío hasta alcanzar una presión menor de 100 μ m de Hg. Posteriormente, se introdujo N_2 y el porta muestras se retiró del puerto de desgasificación y se pesó en una balanza analítica. Después, se retiró el tapón y el rodillo de relleno, y se agregó la muestra del adsorbente previamente secado en una estufa a 110°C durante 24 horas. A continuación, el rodillo de relleno y el tapón o sello filtrante se colocaron nuevamente en la porta muestra, se pesó nuevamente éste con la muestra y se aseguró a uno de los puertos de desgasificación. La porta muestra se calentó por medio de una canastilla de calentamiento a una temperatura de 110°C, y se procedió a la desgasificación automática de la muestra durante 12 horas. Al finalizar este tiempo, la porta muestra se desmontó del puerto de desgasificación y se pesó. El peso de la muestra después de desgasificación se calculó por diferencia. Finalmente, la porta muestra se colocó en el puerto de adsorción de N_2 y se realizó el análisis automáticamente por medio del software del equipo.

Los datos de la isoterma de adsorción de N₂ sobre el adsorbente (V vs. P) se interpretaron con la ecuación de la isoterma de BET linealizada, que se expresa de la forma siguiente (Lowell et al., 2004):

$$\frac{P}{V(P_o-P)} = \left(\frac{1}{V_{mc}-c} \right) + \left[\left(\frac{c-1}{V_{mc}-c} \right) \left(\frac{P}{P_o} \right) \right] \quad (3.1)$$

Donde:

- P = Presión del N₂ en equilibrio con el gas adsorbido sobre el adsorbente.
- P_o = Presión de saturación del N₂ a la temperatura del experimento, atm.
- V = Volumen del N₂ adsorbido referido a presión y temperatura normales, cm³/g.
- V_{mc} = Volumen del N₂ adsorbido referido a presión y temperatura normales que se requiere para formar una monocapa sobre la superficie del adsorbente, cm³/g.

El área específica del adsorbente, S_{BET}, se evaluó a partir del valor de V_{mc} y el área ocupada por una molécula de nitrógeno a las condiciones a las cuales se determinó la isoterma de adsorción. El cálculo de S_{BET} se efectuó con la ecuación siguiente:

$$S_{BET} = \left(\frac{P_s V_{mc}}{RT_o} \right) (NS_{N_2}) \quad (3.2)$$

Donde:

- N = Número de Avogadro, 6.023x10²³ moléculas/mol.
- P_s = Presión estándar, 1 atm.
- S_{BET} = Área específica del adsorbente determinada por el método BET, m².
- S_{N₂} = Área proyectada que ocupa una molécula de N₂, 16.2 nm²/molécula.
- T_o = Temperatura estándar, 273.15 K.
- R = Constante de los gases, 0.08206m³ atm/mol K.

3.2.5.3 Análisis por espectroscopia al infrarrojo (IR)

Este método se realizó para identificar cualitativamente los grupos funcionales orgánicos presentes en la superficie de la biomasa obtenida de cada una de las partes Ho, Ta, Ra. Los espectros de infrarrojo (IR) del jacinto se obtuvieron utilizando un espectrofotómetro de infrarrojo marca Thermo Scientific, modelo iS10 equipado con reflectancia total atenuada ATR. El procedimiento que se siguió se describe a continuación. Previo al análisis, las diferentes partes del jacinto se molieron hasta obtener un tamaño de partícula fina; esta biomasa obtenida se secó en una estufa a 80 °C durante 24 h con el objetivo de eliminar rastros de humedad de la muestra. El análisis se realizó en la región de número de onda de 4000 a 500 cm^{-1} , mediante el uso de 32 barridos con una resolución de 16 cm^{-1} , obteniendo espectros de fondo entre cada muestra.; seguidamente se realizó un barrido sin muestra para eliminar las interferencias causadas por la humedad ambiental y el ruido de fondo del instrumento, este espectro se sustrajo automáticamente del espectro de la muestra. La muestra de jacinto de agua seco se colocó directamente en el aditamento de ATR y se obtuvo el espectro de absorción del jacinto.

3.2.5.4 Determinación de la concentración de sitios activos

Los sitios activos de los materiales adsorbentes (Ho, Ta, Ra) se determinaron por el método de titulación ácido-base propuesto por Boehm (1994). Los sitios ácidos y básicos totales se neutralizaron con soluciones valoradas de NaOH y HCl a 0.01 N, respectivamente. Los diferentes tipos de sitios ácidos presentes en los adsorbentes se neutralizaron con soluciones 0.01 N de Na_2CO_3 y NaHCO_3 . Los

sitios carboxílicos, fenólicos y lactónicos se neutralizaron con una solución 0.01 N de NaOH, los sitios carboxílicos y lactónicos con una solución 0.01 N de Na₂CO₃ y los sitios carboxílicos con una solución 0.01 N de NaHCO₃. Los sitios fenólicos fueron evaluados calculando la diferencia entre los sitios ácidos totales y los sitios carboxílicos y lactónicos.

La determinación de los sitios activos se efectuó agregando 0.1 g del adsorbente a un tubo de polipropileno de centrifuga, el cual contenía 40 mL de la solución neutralizante. El tubo se sumergió parcialmente en un baño a temperatura constante de 25 °C por 5 días hasta que se alcanzó el equilibrio; durante este período los tubos se mezclaron en un agitador orbital a una velocidad de 110 rpm durante 30 minutos al día. Al transcurrir el tiempo requerido se tomó una alícuota de 20 mL y se tituló con soluciones valoradas de HCl ó NaOH, 0.01 N según sea el caso. Las titulaciones se realizaron utilizando un titulador automático marca Mettler Toledo modelo *EasyPlus Titration*. Las concentraciones de los sitios activos en la superficie de los materiales adsorbentes se calcularon mediante la ecuación siguiente:

$$C_{sa} = \frac{V_{in}(C_{in} - C_{fn})1000}{m} \quad (3.3)$$

Donde:

C_{sa} = Concentración de los sitios activos, meq/g

C_{in} = Concentración inicial de la solución neutralizante, eq/L

C_{fn} = Concentración final de la solución neutralizante, eq/L

m = Masa del material adsorbente, g

V_{in} = Volumen inicial de la solución neutralizante, L

La concentración final de la solución neutralizante se estimó usando los datos de la titulación y la expresión siguiente:

$$C_{fn} = \frac{V_T C_T}{V_m} \quad (3.4)$$

Donde:

C_T = Concentración de la solución titulante, eq/L

V_T = Volumen utilizado de la solución titulante, mL

V_m = Volumen de la muestra de la solución neutralizante, mL

3.2.5.5 Análisis Termogravimétrico

El análisis termogravimétrico es una técnica que se basa en la medición de pérdida de peso de una muestra cuando se calienta de una forma constante, prolongada y programada. En esta técnica se determina la variación de peso como función de la temperatura o tiempo y de este modo se pueden identificar las diversas etapas que ocurren durante el calentamiento de la muestra. El análisis se realizó con un Analizador Termogravimétrico (TGA), marca Setaram, modelo Setsys Evolution TGA-DTA/DSC. Para realizar el análisis de TGA el equipo se calibra en dos intervalos de temperatura. El primero consta de elevar el equipo de temperatura ambiente hasta 600 °C utilizando una muestra de Talio como estándar y posteriormente el segundo intervalo de calibración se realizó con una muestra estándar de oro desde temperatura ambiente hasta 1063 °C. Para ambos casos se utilizó una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. Una vez calibrado el equipo se pesó una muestra de jacinto de agua de aproximadamente 0.2 g, y esta a su vez en la balanza que se encuentra dentro de la cámara del TGA hasta que la señal se estabilizó y se obtuvo el peso. La muestra se calentó desde 25 °C hasta 600 °C con

una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. El instrumento realiza simultáneamente las mediciones termogravimétricas TG y las mediciones analíticas térmicas diferenciales DTA. Los resultados de la pérdida de peso y la velocidad de pérdida de peso se obtienen mediante el software del equipo.

3.2.5.6 Distribución de la carga superficial y punto de carga cero (PCC)

La carga superficial de la biomasa de jacinto de agua se evaluó empleando el método de titulación potenciométrica propuesto por Babic et al. (1999). El procedimiento se describe a continuación. En matraces volumétricos de 50 mL se prepararon soluciones neutralizadoras ácidas y básicas colocando volúmenes de 0.1 mL a 5.0 mL de HCl y NaOH 0.1 N, respectivamente. Posteriormente, el matraz se aforó hasta la marca con una solución de NaCl 0.1 N. Después, en tubos de centrífuga de 50 mL se agregaron 0.1 g del material adsorbente (Hoja, Tallo, Raíz) y 25 mL de las soluciones preparadas. Los otros 25 mL se utilizaron como blanco de referencia. Los viales de 50 mL fueron puestos en agitación a 100 rpm durante 5 días. Después de este periodo, se determinó el pH por medio de un potenciómetro, así como de la solución remanente (blanco).

La distribución de carga superficial se estimó por el siguiente procedimiento: Se graficaron las curvas potenciométricas del volumen neutralizante vs pH que correspondían a la solución con el material adsorbente y la solución sin el material (blanco). El volumen de HCl se considera negativo y el de NaOH positivo. El volumen de la solución valorada con material y el volumen de la solución blanco se determinaron gráficamente a un mismo valor de pH. De tal manera que los valores correspondientes a los volúmenes de la solución con material adsorbente y de la

solución blanco se les denominó V_A y V_B , respectivamente. La masa de protones adsorbidos se estimó con la ecuación siguiente:

$$q_{H^+} = \frac{C_N(V_B - V_A)}{m} \quad (3.5)$$

Donde:

q_{H^+} = Moles del protón adsorbido sobre el adsorbente a un cierto valor de pH, mol/g

C_N = Concentración de la solución neutralizante, mol/L.

V_A = Volumen empleado de la solución 0.1 N de NaOH o HCl para alcanzar un valor determinado del pH final en el experimento con el adsorbente, L.

V_B = Volumen empleado de la solución 0.1 N de NaOH o HCl para alcanzar un valor determinado del pH inicial en el experimento sin el adsorbente, L.

m = Masa del adsorbente, (g)

La carga superficial del adsorbente se evaluó por medio de la ecuación siguiente:

$$C_S = \frac{q_{H^+} F}{S} \quad (3.6)$$

Donde:

C_S = Carga superficial del adsorbente a un determinado valor de pH final, C/m².

F = Constante de Faraday, 96485 Coulomb/mol

S = Área específica, m²/g

Con estos datos se obtiene una curva que muestra la variación de la carga superficial con respecto al pH. El punto de carga cero (PCC) corresponde al valor de pH donde la carga superficial es cero.

3.2.5.7 Análisis elemental

Se realizaron análisis elementales para conocer la composición química de la biomasa del jacinto de agua y evaluar los cambios de composición en los adsorbentes Ho, Ta, Ra del lirio. La composición elemental, es decir, el porcentaje en peso de carbono (C), hidrógeno (H), nitrógeno (N) y azufre (S), se determinó utilizando un analizador elemental CHNS-O de la marca Thermo Scientific, modelo FlashSmart. El contenido de oxígeno (O) se calculó por separado como la diferencia del 100 %, es decir, $O\% = 100\% - (C\% + H\% + N\% + S\%)$.

3.2.5.8 Análisis químico (ICP-OES)

Dentro de los procedimientos analíticos más utilizados para determinar elementos en concentraciones traza, está la Espectrometría de Emisión por Plasma de Inductivamente Acoplado (ICP-OES), su principal característica es que posee bajos límites de detección para la mayoría de los elementos que se encuentran en bajas concentraciones < 0.01% (Klotz et al., 2013). Se pesaron 0.5 g de cada una de las muestras de Ho, Ta y Ra que se colocaron en vasos de precipitados de 50 mL, posteriormente se adicionó una mezcla de ácidos concentrados (10 mL de HNO₃ y 5 mL de HF) y se agitó durante 15 min. Seguidamente se colocó en un microondas durante 30 min con la finalidad de llevar a cabo una digestión, a la mezcla generada se agregaron 2 mL de HCl (que ayudara a eliminar residuos de HF). La solución obtenida se aforó hasta la marca en un matraz volumétrico de 50 mL con una solución al 2% de HNO₃. Posteriormente, la solución se filtró al vacío, luego fue transferido a una botella limpia de polipropileno para su posterior análisis. Las concentraciones de metales se determinaron por ICP-OES por un espectrómetro marca Thermo Scientific, modelo iCAP 6500.

3.2.6 Composición fisicoquímica de la biomasa del jacinto de agua

3.2.6.1 Determinación de contenido de humedad

El agua existe en dos formas generales en la biomasa o en los materiales; agua libre o agua ligada (absorbida). El agua libre o absorbida que se encuentra en la biomasa del jacinto se conoce como humedad. Esta humedad se determinó por método gravimétrico (967.03; AOAC, 1990), el cual consiste en medir la pérdida de peso cuando la biomasa del jacinto se eleva a cierta temperatura. Este método se describe enseguida. La capsula de porcelana se colocó en una estufa a una temperatura de 110 °C durante 12 horas. Posteriormente, la capsula se removió de la estufa e inmediatamente se colocó en un desecador, para dejar enfriar. Después de 45 minutos la capsula se pesó repetidamente hasta que se peso fue constante. Se pesaron 0.5 g de biomasa de jacinto (W_o) en la capsula que había sido previamente llevada a peso constante. Nuevamente se colocó la capsula con la muestra en una estufa a una temperatura de 110 °C durante 16 horas, se dejó enfriar y se registró este peso final (W_f). Este método se realizó por duplicado para cada una de las muestras Ho, Ta y Ra. El porcentaje de humedad (%Humedad) se calculó con las ecuaciones siguientes:

$$\% H = \frac{W_o - W_f}{W_o} \times 100 \quad (3.6)$$

Donde:

% H = Porcentaje de humedad, %

W_o = Masa de jacinto, g

W_f = Masa de la cápsula con el jacinto seco, g

3.2.6.2 Determinación de contenido de cenizas

Las cenizas son las impurezas minerales que forman parte de los compuestos orgánicos del jacinto del agua y se determinan incinerando la muestra para destruir por completo la materia orgánica. El procedimiento se llevó a cabo bajo el siguiente método (967.04; AOAC, 1990). Se pesaron 0.5 g de (Ho, Ta, Ra) en un crisol que previamente se había llevado a peso constante. Para esta parte del método se utilizó la muestra que se había determinado la humedad; una vez obtenido el peso de la muestra (W_i) la capsula se colocó en una mufla a 550 °C durante 4 horas hasta que las muestras estuvieron libres de carbono. Esto último ocurrió cuando las cenizas adquirieron un color blanco o gris. Posteriormente, el crisol se colocó en un desecador para que alcanzara una temperatura estable. Al final se colocó en una balanza analítica para registrar el peso final (W_{ceniza}). El porcentaje de ceniza (% Cenizas) se estimó con la expresión siguiente:

$$\% C = \frac{W_{\text{ceniza}}}{W_f} \times 100 \quad (3.7)$$

Donde:

%C = Porcentaje de cenizas, %

W_{ceniza} = Masa del crisol con cenizas, g

W_f = Masa de la cápsula con el jacinto seco, g

3.2.7 Análisis de fracciones de la fibra (Van Soest)

3.2.7.1 Fibra Detergente Acida (FDA)

Las fracciones de fibra se determinan de acuerdo con el método desarrollado por Van Soest (1963); el cual ofrece un cálculo preciso del total de fibra detergente neutra (FDN) compuesta por celulosa, hemicelulosa, lignina y de fibra detergente acida (FDA) compuesta por celulosa y lignina. La diferencia entre FDN y FDA es una medida del contenido de hemicelulosa. El método se describe a continuación: Aproximadamente 1 g del material (Ho, Ta, Ra) fueron triturados y secados a 80 °C durante 12 h (S), posteriormente se colocó en un matraz con 100 mL de solución de detergente ácido (49 mL de ácido sulfúrico, 20 g de bromuro de cetiltrimetilamonio; CTAB) y 2 mL de decahidronaftaleno (Decalina), previamente llevado a temperatura ambiente. Este contenido se hirvió lentamente durante 1 h en un condensador de reflujo a volumen constante. Luego, el contenido se filtró a través de un crisol Gooch previamente llevado a peso constante (W_t). Después, se lavó 2 veces con agua hirviendo (110 °C) y repetidamente con acetona. La FDA residual se secó a 100 °C durante la noche, se dejó enfriar en un desecador y posteriormente se pesó (W_o). El % FDA se calculó a través de la ecuación siguiente:

$$\% \text{ FDA} = \frac{S}{(W_o - W_t)} \times 100 \quad (3.8)$$

Donde:

S = Peso de la muestra seca, mg

W_o = Peso del crisol secado al horno incluyendo fibra, mg

W_t = Peso tarado del crisol secado al horno, mg

El contenido de celulosa en FDA se puede medir por dos métodos: (1) eliminación de celulosa con ácido o (2) eliminación de lignina por oxidación.

Método 1. La FDA preparada anteriormente, se colocó en un crisol Gooch previamente tarado. Posteriormente el contenido del crisol se puso en contacto con ácido sulfúrico al 72% manteniendo una agitación manual en intervalos de tiempos a medida que el ácido se fue drenando. Después de dejarlo reposar, se lavó con agua caliente y se filtró la mayor cantidad de humedad posible al vacío. A continuación, la muestra se secó a 100 °C durante 8 horas, se dejó enfriar en un desecador y después se pesó (S); la pérdida de este peso corresponde al contenido de celulosa. Seguidamente, se colocó el crisol con el sobrante de la muestra en una mufla a 550 °C durante 3 h hasta obtener las cenizas, el crisol se dejó enfriar en un desecador. Finalmente, se colocó en una balanza analítica para registrar el peso final (L). La incineración del residuo determina el contenido de lignina a través de la siguiente expresión:

$$\text{Lignina} = \frac{S}{L} \times 100 \quad (3.9)$$

Donde:

S = Peso de la muestra seca al horno, mg

L = Pérdida por incineración después del tratamiento a 72% con H₂SO₄

Método 2. De la muestra de FDA obtenida previamente se pesó de 0.5 a 1.0 g, posteriormente se colocó en un crisol Gooch previamente tarado. Después, en una solución saturada de permanganato de potasio (50 g de permanganato de potasio y 0.05 g de sulfato de plata) y una solución tampón (6 g nitrato de hierro (III))

nonahidratado, 0.15 g de nitrato de plata, 500 mL de ácido acético glacial, 5 g de acetato de potasio y 400 mL de alcohol t-butílico) se mezclaron en una proporción 2:1 (en volumen). De esta mezcla se agregaron 25 mL al crisol en agitación manual a temperatura ambiente para oxidar la lignina presente en la FDA; el excedente se eliminó por filtración al vacío. Enseguida el contenido se lavó en una solución desmineralizante (50 g de ácido oxálico dihidrato, 700 mL de etanol al 95%, 50 mL de ácido clorhídrico a 12 M). Posteriormente el contenido se lavó con etanol al 80% y se filtró al vacío. El crisol se secó a 100 °C durante la noche, se situó en un desecador y se pesó. Se estimó el contenido de lignina como pérdida de peso de la FDA. Finalmente el crisol colocó en un horno a 500 °C durante 3 h, el resultado de esta se calculó de la ceniza residual como la diferencia entre el peso y la tara original del crisol; por último, se determinó la celulosa por la pérdida de peso al incinerar.

3.2.7.2 Fibra Detergente Neutra (FDN)

El procedimiento de detergente neutro para los constituyentes de la pared celular es una técnica rápida para analizar la fibra total en los materiales lignocelulósicos propuesto por Van Soest (1963). El método se describe a continuación: Previamente a realizar la preparación, las muestras (Ho, Ta, Ra) se secaron en un horno de recirculación a 65 °C durante 6 horas para descartar la humedad presente en los materiales. A continuación, las muestras se trituraron y tamizaron sobre una malla #18 hasta alcanzar el tamaño de partícula deseado (1 mm), posteriormente se pesó 1 g de muestra (W_0) para cada material y se colocaron en un matraz esmerilado, después se agregaron 100 mL de solución de detergente neutro (30 g de laurilsulfato de sodio, 18,61 g de ácido etilendiaminotetraacético

disódico (EDTA) dihidratado, 6,81 g de decahidrato de borato de sodio, 4,56 g de hidrógeno fosfato disódico anhidro, 10 mL de 2-etoxietanol), 2 mL de decahidronaftaleno (decalina) y 0,5 g de sulfito de sodio.

Posteriormente, el recipiente con la mezcla se acopló a un condensador para mantener constante el volumen del líquido, luego este sistema se colocó en una parrilla de calentamiento a 100 °C durante 1 h. Una vez transcurrido el tiempo, la mezcla se colocó en un crisol Gooch previamente llevado a peso constante (W_{crisol}), para filtrar el exceso de solución presente en la muestra; al mismo tiempo este remante se enjuago 2 veces con agua hirviendo y 2 veces con acetona, posteriormente se colocó en un sistema de filtración a vacío para eliminar el exceso de solvente. Finalmente, el crisol se colocó en una estufa a 100 °C y se dejó secar durante 12 horas, por último, se pesó y registro (W_{final}). De acuerdo con la metodología, el residuo de fibra recuperado se registra en términos de paredes celulares y el cálculo se expresa de la manera siguiente:

$$\% \text{ Paredes celulares} = \left(\frac{(W_{\text{final}}) - (W_{\text{crisol}})}{W_0} \right) \times 100 \quad (3.10)$$

Donde:

FDN = Paredes celulares (%)

W_0 = Peso inicial de la muestra, mg

W_{crisol} = Peso de crisol tarado, mg

W_{final} = Peso del crisol con fibra, mg

3.2.8 Método para la obtención de datos experimentales de las isotermas de adsorción de Pb(II)

Los datos experimentales del equilibrio de adsorción se obtuvieron en un adsorbedor de lote siguiendo los procedimientos que se mencionan a continuación: En un matraz volumétrico de 50 mL se preparó una solución a diferentes concentraciones (100-600 mg/L) a partir de una solución patrón (1000 mg/L) y se aforó con agua desionizada hasta la marca. Se tomó una muestra inicial de 10 mL. Esta muestra se analizó posteriormente para corroborar la concentración inicial. Al adsorbedor de lote, se le agregó una cierta masa conocida de biomasa de jacinto y 40 mL de la solución de concentración inicial conocida del metal. El adsorbedor se introdujo en un baño de temperatura constante, y la biomasa con la solución se dejaron en contacto hasta que se alcanzó el equilibrio. Dos veces al día, los adsorbedores se mezclaron en un agitador orbital a 110 rpm por 30 minutos al día. Una vez que se alcanzó el equilibrio, se tomó una muestra (10 mL) y se analizó para determinar la concentración final de la solución. El pH de la solución se midió periódicamente mediante un potenciómetro y se mantuvo constante adicionando gotas de soluciones 0.1 y 0.01N de HNO₃ y NaOH, según fuera necesario.

El volumen total que se adicionó de estas soluciones fue siempre menor a 1 mL y se consideró insignificante respecto al volumen inicial de la solución de plomo. La masa de Pb (II) adsorbido sobre el jacinto se calculó por medio de un balance de masa que se representa matemáticamente de la manera siguiente:

$$q = \frac{C_o V_o - C_f V_f}{m} \quad (3.11)$$

Donde:

q = Masa de Pb (II) adsorbido por unidad de masa de masa de jacinto, mg/g.

C_o = Concentración inicial de Pb (II), mg/L.

V_o = Volumen inicial de la solución de Pb (II), L.

C_f = Concentración de Pb (II) en equilibrio, mg/L.

V_f = Volumen final al alcanzar el equilibrio, L.

m = Masa de jacinto (Ho, Ta, Ra), g.

3.2.9 Determinación de la concentración de plomo en solución acuosa

La concentración de Pb (II) en solución acuosa se determinó por espectrofotometría de absorción atómica. La determinación cuantitativa de los metales pesados en solución acuosa se efectuó mediante una curva de calibración. Esta curva se preparó midiendo las absorbancias de soluciones estándares en un espectrofotómetro de absorción atómica de doble haz, marca Varían, modelo Spectra AA-20. Las concentraciones de las soluciones estándares variaron en un intervalo de 1 a 700 mg/L. Los estándares se prepararon al mismo pH de las muestras y a partir de una solución patrón de 1000 mg/L del metal y como blanco se utilizó el agua desionizada con el que se aforo y mantuvo el pH de las muestras.

Los datos de la curva de calibración, Concentración vs Absorbancia; se ajustaron por medio del siguiente polinomio:

$$C = \sum_0^j P_j \times Abs^j \quad (3.12)$$

Donde:

C = Concentración del metal en solución acuosa, mg/L

P_j = Coeficiente del polinomio

Abs = Absorbancia

j = Orden del polinomio

3.3 Discusión de resultados

3.3.1 Propiedades fisicoquímicas y de textura del jacinto de agua

3.3.1.1 Fisorción de nitrógeno a 77 K

Las propiedades de textura de las muestras de jacinto de agua se determinaron por el método de fisorción de nitrógeno a 77 K (BET) y dependen de la materia prima que se utiliza, los procesos de preparación y alguna activación establecida. Además, la isoterma de adsorción de N₂ brinda información sobre el tipo de porosidad del material, geometría y forma de los poros. En la Figura 3.2 se muestran las isotermas de adsorción de N₂ sobre Ho, Ta y Ra a 77 K, que presentan un comportamiento del tipo III característico de materiales mesoporosos, con presencia de macroporos y una morfología en forma de rendijas. Estas exhiben un estrecho lazo de histéresis sin la formación de una meseta después del lazo, y este lazo de histéresis corresponde al tipo H3.

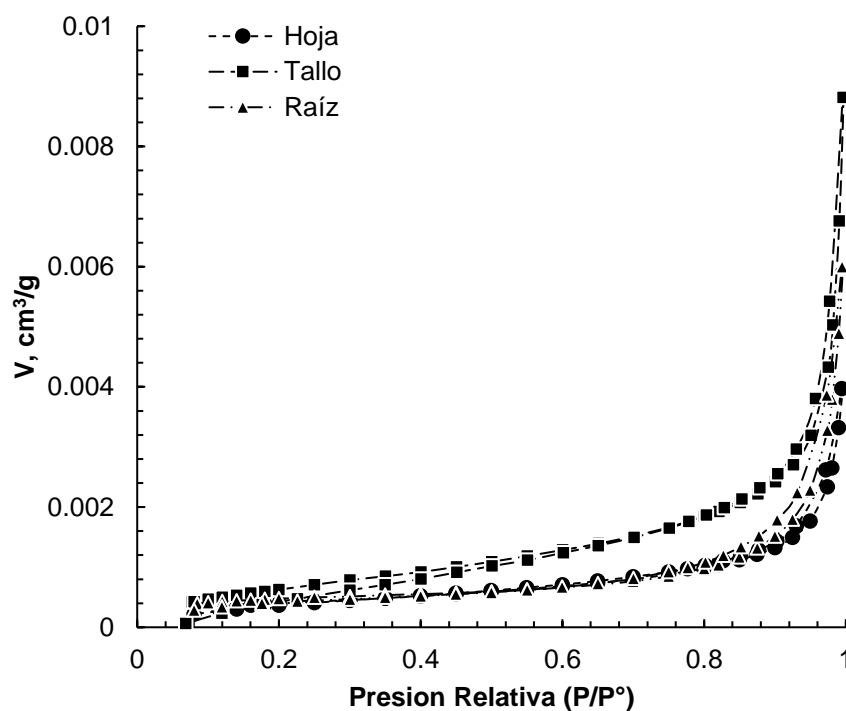


Figura 3.2. Isotermas de adsorción – desorción sobre Ho, Ta, Ra

A partir de los datos de adsorción de N₂ sobre Ho, Ta y Ra se determinaron sus principales propiedades de textura. En la Tabla 3.1 se enlistan los valores del área específica, diámetro promedio, volumen de poros y distribución de los poros sobre las superficies.

Tabla 3.1. Propiedades de textura de Ho, Ta y Ra

Adsorbente	Área específica (m ² /g)	Diámetro promedio de los poros (nm)	Volumen de los poros (cm ³ /g)	Distribución de los poros presentes en el material (%)		
				Micro	Meso	Macro
Hoja	0.95	16.8	0.003917	3.60	39.56	56.84
Tallo	1.68	20.5	0.008699	3.01	44.09	52.90
Raíz	1.09	23.4	0.005918	1.92	33.30	64.78

Algunos autores (Zheng et al., 2009; Atehortua, E., and Gartner, C., 2013; (Manna et al., 2015; Netai et al., 2015; Aswani and Pavan Kumar., 2019; Allam et al., 2020; Pakutsah and Aht-Ong., 2020) han reportado valores similares en biosorbentes hechos a base de jacinto de agua donde el área específica se encuentra en el intervalo de 0.30 a 4.5 m²/g y el diámetro promedio de los poros oscila entre 3.5 y 25.4 nm. Los valores obtenidos para Ho, Ta, y Ra se encuentran dentro estos intervalos. De acuerdo con la IUPAC, la clasificación del tamaño de los poros se establece bajo las condiciones en la que los microporos tienen diámetro menor a 2 nm, los mesoporos con diámetros de poro entre 2 y 50 nm, y los macroporos con diámetros mayores a los 50 nm. Basándose en esta clasificación, la Ho, Ta y Ra son materiales mesoporosos ya que su diámetro promedio es 16.8, 20.5 y 23.4 nm, respectivamente.

La distribución del tamaño de los poros para Ho, Ta y Ra se presenta en la Figura 3.3, y se calcularon a partir de los datos estimados a través del método BJH (recomendado para materiales mesoporosos).

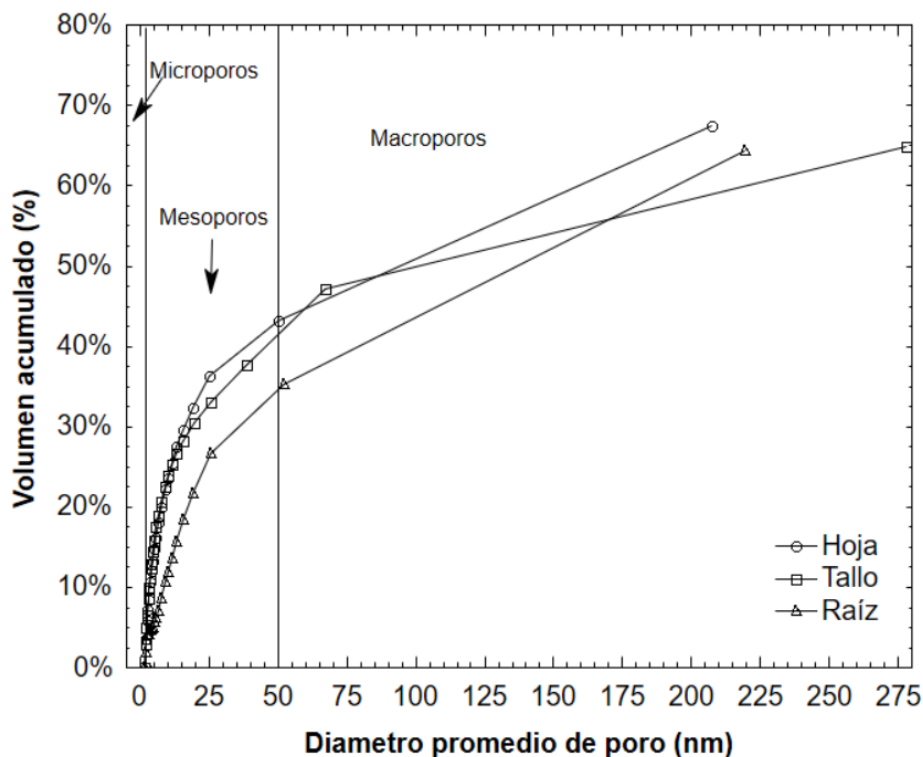


Figura 3.3. Distribución de volumen total acumulado de poros

La distribución del volumen acumulado de poros presentes en los adsorbentes (Ho, Ta y Ra) revela que más del 50% del volumen total de poro está en la región Macroporosa, el 30-47% se encuentra en la región Mesoporosa y presentes, pero en menor cantidad 1-3%, la región Microporosa. Por otra parte, a partir de la distribución de tamaño de poro, el tamaño de poro que se encuentra presente en mayor cantidad para cada uno de estos materiales son 3.78, 2.66 y 9.55 nm, respectivamente.

3.3.1.2 Concentración de sitios activos

Las concentraciones de los sitios activos totales y básicos totales en la superficie de los adsorbentes Ho, Ta y Ra se evaluaron empleando las ecuaciones (3.4) y (3.3). Los datos experimentales necesarios y las concentraciones de los sitios para Ho, Ta y Ra se muestran en las Tablas 3.2, 3.3, 3.4 y 3.5.

A continuación, se ejemplifica el cálculo de los sitios activos para Ho, utilizando los datos siguientes:

$$\begin{aligned} m &= 0.1050 \text{ g} & V_{in} &= 45 \text{ mL} & V_m &= 20 \text{ mL} \\ C_{in} &= 0.1 \text{ N} & C_T &= 0.1 \text{ N} & V_T &= 11.9 \text{ mL} \end{aligned}$$

Previamente, se calcula la concentración final de la solución neutralizante sustituyendo los datos anteriores en la ecuación (3.4).

$$C_{fn} = \frac{(11.917 \text{ mL})(0.01 \text{ N})}{20 \text{ mL}} = 0.0059 \text{ eq/L}$$

Una vez calculada la concentración final de la solución neutralizante, se evaluó la concentración de sitios ácidos totales empleado la ecuación (3.3).

$$C_{sa} = \frac{(0.045 \text{ L})(0.01 \text{ N} - 0.0059 \text{ N})(1000)}{0.1050 \text{ g}} = 1.732 \text{ meq/g}$$

Este valor se encuentra en la Tabla 3.2. Las concentraciones de sitios activos de los adsorbentes Ho, Ta y Ra se localizan en las Tablas 3.2 a 3.5.

Tabla 3.2. Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos totales presentes en los adsorbentes Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de NaOH = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de HCl = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL.

Adsorbente	Masa (g)	Volumen gastado (mL)	Concentración final de NaOH (eq/L)	Concentración de sitios ácidos (meq/g)
Hoja	0.1050	11.917	0.0059	1.732
Tallo	0.1027	13.237	0.0066	1.482
Raíz	0.1041	11.800	0.0059	1.772

Tabla 3.3. Datos experimentales para la determinación de sitios básicos totales presentes en los adsorbentes Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de HCl = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de NaOH = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL.

Adsorbente	Masa (g)	Volumen gastado (mL)	Concentración final de HCl (eq/L)	Concentración de sitios básicos (meq/g)
Hoja	0.1009	18.0	0.0090	0.443
Tallo	0.1078	18.6	0.0093	0.278
Raíz	0.1042	18.6	0.0093	0.294

Tabla 3.4. Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos carboxílicos y lactónicos presentes en los adsorbentes Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de Na₂CO₃ = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de HCl = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL.

Adsorbente	Masa (g)	Volumen gastado (mL)	Concentración final de Na₂CO₃ (eq/L)	Concentración de sitios carboxílicos y lactónicos (meq/g)
Hoja	0.1028	17.8	0.0089	0.467
Tallo	0.1078	18.2	0.0091	0.359
Raíz	0.1059	17.5	0.0087	0.528

Tabla 3.5. Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos carboxílicos presentes en los adsorbentes Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de NaHCO₃ = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de HCl = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL.

Adsorbente	Masa (g)	Volumen gastado (mL)	Concentración final de NaHCO₃ (eq/L)	Concentración de sitios carboxílicos (meq/g)
Hoja	0.1014	19.1	0.0095	0.189
Tallo	0.1084	19.3	0.0096	0.142
Raíz	0.1040	19.5	0.0097	0.091

Las concentraciones de los sitios ácidos totales, carboxílicos, lactónicos, fenólicos, básicos totales y el punto de carga cero (PCC) de los adsorbentes Ho, Ta y Ra se muestran en la Tabla 3.6. Las concentraciones de los sitios lactónicos y fenólicos se calcularon en base a las expresiones siguientes:

$$\text{Sitios ácidos totales} = [\text{Carboxílicos}] + [\text{Lactónicos}] + [\text{Fenólicos}] \quad (3.13)$$

$$\text{Sitios lactónicos} = [\text{Carboxílicos}] + [\text{Lactónicos}] - [\text{Carboxílicos}] \quad (3.14)$$

$$\text{Sitios fenólicos} = [\text{Ácidos totales}] - [\text{Carboxílicos}] - [\text{Lactónicos}] \quad (3.15)$$

Tabla 3.6. Concentración de sitios activos y PCC de Ho, Ta y Ra.

Adsorbente	Sitios Lactónicos (meq/g)	Sitios Carboxílicos (meq/g)	Sitios Fenólicos (meq/g)	Sitios Ácidos Totales (meq/g)	Sitios Básicos Totales (meq/g)	PCC
Hoja	0.278	0.189	1.265	1.732	0.443	6.1
Tallo	0.217	0.142	1.123	1.482	0.278	6.0
Raíz	0.437	0.091	1.244	1.772	0.294	6.4

Se puede considerar que la superficie de estos adsorbentes tiene un carácter ácido ya que la concentración de sitios ácidos en Ho, Ta y Ra es 4, 5 y 6 veces mayor que la de los sitios básicos, respectivamente. También, se nota que los sitios carboxílicos se encuentran presentes en cantidades despreciables, y que la mayor parte de los sitios ácidos son fenólicos, esto debido a la presencia de grupos hidroxilo en la composición de la celulosa y lignina. Salazar-Rábago (2011) reportó un material lignocelulósico de aserrín con concentraciones más bajas, pero similares en el comportamiento de los sitios ácidos, ya que estos disminuyen en el orden siguiente: Fenólicos > Lactónicos > Carboxílicos.

3.3.1.3 Determinación de la carga superficial y punto de carga cero

La distribución de la carga superficial y el PCC de los adsorbentes Ho, Ta y Ra se determinaron a partir de una titulación potenciométrica. Los datos experimentales necesarios para la determinación de la carga superficial y el PCC se obtuvieron por el procedimiento descrito en la sección 3.2.4.6 y se muestran en la Tabla 3.7. En la Figura 3.4 se muestran las curvas de titulación que ejemplifican al adsorbente de Ho, la cuales se obtuvieron graficando el pH final de la solución contra el volumen agregado de la solución neutralizante, para la solución con adsorbente y sin adsorbente (blanco).

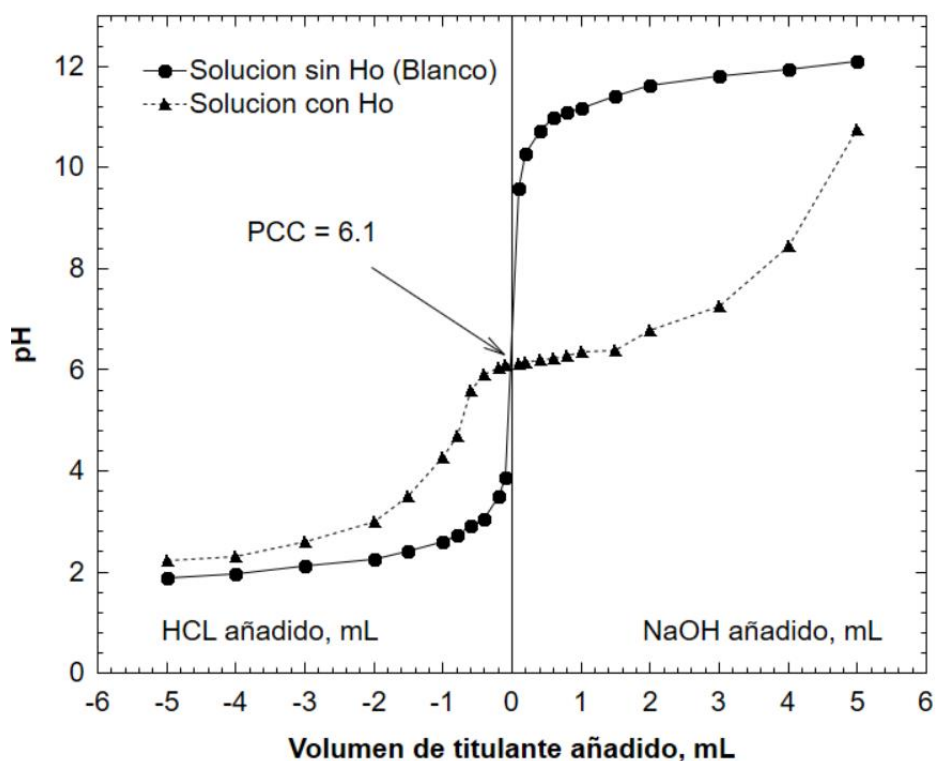


Figura 3.4. Curvas de titulación potenciométrica de Ho

El pH al cual las dos curvas se intersectan corresponden al PCC, dicho en otras palabras, es el pH en el cual la carga neta de la superficie del adsorbente es neutra. Por lo anterior, la carga superficial de los adsorbentes es positiva para pH menores al PCC, mientras que es negativa a pH mayores al PCC. Los valores de PCC de Ho, Ta y Ra se encuentran en la Tabla 3.6.

Tabla 3.7. Datos experimentales para la determinación de la carga superficial y el PCC del adsorbente (Ho) a T = 25 °C, Volumen de solución neutralizante = 25 mL

Solución neutralizante	Masa del adsorbente (g)	Volumen (mL)	pH de solución blanco	pH de solución con jacinto (Ho)
HCl	0.1117	-5	1.87	2.23
	0.1166	-4	1.97	2.32
	0.1197	-3	2.11	2.60
	0.1110	-2	2.25	3.00
	0.1199	-1.5	2.42	3.50
	0.1192	-1	2.6	4.27
	0.1169	-0.8	2.72	4.68
	0.1150	-0.6	2.91	5.60
	0.1174	-0.4	3.04	5.90
	0.1138	-0.2	3.5	6.05
	0.1136	-0.1	3.86	6.10
NaOH	0.1196	0.1	9.59	6.12
	0.1165	0.2	10.27	6.15
	0.1140	0.4	10.72	6.19
	0.1132	0.6	10.99	6.22
	0.1152	0.8	11.1	6.27
	0.1128	1	11.18	6.35
	0.1117	1.5	11.41	6.38
	0.1105	2	11.62	6.78
	0.1150	3	11.81	7.25
	0.1116	4	11.94	8.46
	0.1164	5	12.1	10.75

El cálculo de la carga superficial se realizó bajo el siguiente procedimiento. A un determinado valor de pH se leyeron los valores de volúmenes correspondientes a la solución del blanco (V_B) y la solución con el adsorbente (V_A). Los datos de las curvas de titulación potenciométricas se muestran en las Tablas 3.8 a 3.10. Posteriormente se evaluó la carga superficial empleando la ecuación (3.5) y (3.6). El cálculo de la carga superficial se ejemplifica con los datos reportados en la Tabla 3.8 para Ho:

$$m = 0.1110 \text{ g} \quad V_B = -0.4 \text{ mL} \quad V_A = -2 \text{ mL}$$

$$C_N = 0.1 \text{ mol/L} \quad F = 96485 \text{ C/mol} \quad S_{BET} = 0.95 \text{ m}^2/\text{g}$$

Sustituyendo los valores en la ecuación 3.5 y 3.6, se obtienen los valores siguientes:

$$q_{H^+} = \frac{\left(0.1 \frac{\text{mol}}{\text{L}}\right) (-0.4 \text{ mL} + 2 \text{ mL}) \left(\frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}}\right)}{0.1110 \text{ g}} = 0.00144 \frac{\text{mol}}{\text{g}}$$

$$C_s = \frac{\left(0.00144 \frac{\text{mol}}{\text{g}}\right) \left(96485 \frac{\text{C}}{\text{mol}}\right)}{0.95 \frac{\text{m}^2}{\text{g}}} = 146.39 \frac{\text{C}}{\text{m}^2}$$

Los valores de la carga superficial para Ho, Ta y Ra se reportan en las Tablas 3.8 a 3.10. En la Figura 3.5 se presenta las distribuciones de la carga superficial de los adsorbentes Ho, Ta y Ra, donde se graficó carga eléctrica con respecto al pH de la solución. Esta grafica exhiben los valores del PCC y se observa que los valores para los tres materiales son similares ya que se encuentran en un rango de 6 a 6.5.

Tabla 3.8. Datos experimentales para determinación de la carga superficial de Ho

pH	V _B (mL)	V _A (mL)	q _{H+} (mol/g)	C _s (C/g)
3	-0.4	-2	0.00144	146.40
3.5	-0.2	-1.5	0.00117	118.95
4	-0.1	-1.1	0.00090	91.50
4.5	-0.09	-0.87	0.00070	71.37
5	-0.07	-0.72	0.00059	59.47
5.5	-0.04	-0.61	0.00051	52.15
6	-0.03	-0.29	0.00023	23.79
6.1	-0.02	-0.02	0.00000	0.00
6.2	-0.01	0.5	-0.00046	-46.66
6.4	0.008	1.52	-0.00136	-138.35
6.8	0	2.1	-0.00189	-192.15
7	0.01	2.57	-0.00231	-234.24
7.5	0.02	3.38	-0.00303	-307.43
8	0.05	3.7	-0.00329	-333.97
8.5	0.07	4.09	-0.00362	-367.82
9	0.09	4.28	-0.00377	-383.38
9.5	0.1	4.49	-0.00395	-401.68
10	0.14	4.7	-0.00411	-417.23
10.5	0.27	4.9	-0.00417	-423.64

Tabla 3.9. Datos experimentales para determinación de la carga superficial de Ta

pH	V _B (mL)	V _A (mL)	q _{H+} (mol/g)	C _s (C/g)
2.5	-1.2	-3.32	0.00135	77.35
3	-0.41	-1.98	0.00100	57.29
3.5	-0.2	-1.55	0.00086	49.26
4	-0.09	-1.2	0.00071	40.50
4.5	-0.07	-0.7	0.00040	22.99
5	-0.06	-0.43	0.00024	13.50
5.5	-0.04	-0.29	0.00016	9.12
6	-0.02	-0.02	0.00000	0.00
6.1	-0.008	0.7	-0.00045	-25.83
6.2	-0.003	1.6	-0.00102	-58.49
6.4	-0.002	2.1	-0.00134	-76.70
6.5	-0.001	2.78	-0.00177	-101.47

pH	V _B (mL)	V _A (mL)	q _{H+} (mol/g)	C _s (C/g)
7	0.003	3.36	-0.00213	-122.49
7.5	0.006	3.62	-0.00230	-131.87
8	0.03	3.95	-0.00249	-143.03
8.5	0.07	4.16	-0.00260	-149.23
9	0.08	4.32	-0.00269	-154.71
9.5	0.09	4.5	-0.00280	-160.91
10	0.1	4.65	-0.00289	-166.02
10.5	0.2	4.79	-0.00292	-167.48
11	0.4	5	-0.00292	-167.84

Tabla 3.10. Datos experimentales para determinación de la carga superficial de Ra

pH	V _B (mL)	V _A (mL)	q _{H+} (mol/g)	C _s (C/g)
2	-3.7	-5.2	0.00145	128.41
2.5	-1.4	-2.82	0.00137	121.56
3	-0.47	-1.82	0.00131	115.57
3.5	-0.12	-1.36	0.00120	106.15
4	-0.09	-1.08	0.00096	84.75
4.5	-0.08	-0.89	0.00078	69.34
5	-0.06	-0.8	0.00072	63.35
5.5	-0.04	-0.7	0.00064	56.50
6	-0.008	-0.52	0.00050	43.83
6.4	-0.004	-0.004	0.00000	0.00
6.5	-0.002	0.35	-0.00034	-30.13
6.6	-0.004	0.6	-0.00058	-51.71
6.7	-0.006	1.3	-0.00126	-111.80
6.8	0.001	2.3	-0.00222	-196.81
7	0.04	3.08	-0.00294	-260.25
7.5	0.05	3.45	-0.00329	-291.07
8	0.08	3.79	-0.00359	-317.60
8.5	0.09	4.05	-0.00383	-339.01
9	0.12	4.33	-0.00407	-360.41
9.5	0.17	4.5	-0.00419	-370.68
10	0.29	4.72	-0.00428	-379.24
10.5	0.4	4.93	-0.00438	-387.80

En solución acuosa, la carga superficial de los adsorbentes se genera como resultado de las interacciones entre los iones en solución y los grupos funcionales en su superficie. La carga superficial generada será función de la naturaleza y cantidad de grupos funcionales, así como el pH de la solución. La distribución de la carga superficial con respecto del pH de la solución brinda información para elucidar el mecanismo de adsorción y la capacidad para adsorber iones en solución.

El comportamiento que describen las curvas de la distribución de carga está estrechamente relacionado con las concentraciones de los sitios ácidos reportados en la Tabla 3.6. Así mismo, el PCC con respecto al pH indican que la superficie es de carácter ácido por lo tanto quedan cargadas negativamente, además esto corrobora que la concentración de sitios ácidos es mayor que la de sitios básicos.

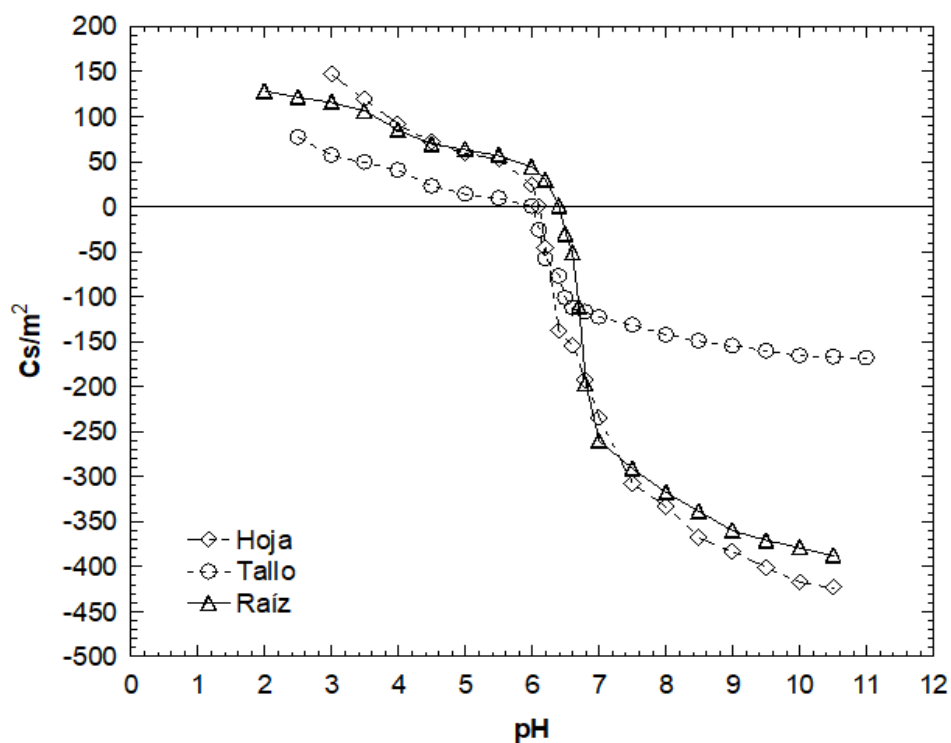


Figura 3.5. Distribución de carga superficial Ho, Ta y Ra

3.3.1.5 Composición química de la biomasa natural de jacinto de agua

El jacinto de agua es uno de los muchos materiales lignocelulósicos que existen en el mundo, ya que es un material de origen vegetal y está compuesto por celulosa, hemicelulosa y lignina. En la Tabla 3.11 se muestran las composiciones químicas de los adsorbentes Ho, Ta y Ra. Los porcentajes de celulosa y lignina se determinaron en base al peso seco de jacinto a partir de una digestión ácida; mientras que el porcentaje de hemicelulosa se obtuvo por diferencia entre FDN y FDA de acuerdo con lo mencionado en la Sección 3.2.7. La humedad se determinó en base al peso húmedo del jacinto y las cenizas por diferencia de la pérdida de peso al incinerar el remanente. Es importante mencionar que en este estudio se cuantificaron los porcentajes de celulosa, hemicelulosa y lignina a través de fracciones de fibras vegetal.

Tabla 3.11. Composición química de los adsorbentes Ho, Ta y Ra

Jacinto de agua	FDN %	Cont. Celular %	FDA %	Celulosa %	Hemi %	Lignina %	Humedad %	Cenizas %
Hoja	83.78	16.22	55.38	28.14	28.40	27.02	12.97	7.47
Tallo	81.11	18.90	55.20	39.20	25.91	15.94	10.31	7.39
Raíz	78.36	21.64	52.04	29.24	26.32	20.24	12.33	8.13

Se puede considerar que en la mayor parte de los trabajos de investigación para producir materia seca y cuantificar su contenido celular, no se estudian las variables (hojas, tallos y raíces) de forma independiente, por lo cual no es posible comparar con precisión la composición celular, por lo que siempre suelen ser

variables. Diversos autores (Abdelhamid & Gabr, 1991; Reddy & Yang, 2005; Methacanon et al., 2010 Reales-Alfaro et al., 2013; Sharma & Aggarwal, 2020; Pakutsah & Aht-Ong, 2020) mencionan que estas diferencias podrían atribuirse a la variación entre los estudios desde el punto de vista de la fuente del que los jacintos de agua son extraídas, ya que esta planta se puede encontrar en diferentes regiones del mundo y se caracteriza por tener resistencia a diferentes climas (condiciones nutricionales del hábitat), al igual que la edad de la planta al momento de recolección, entonces el contenido celular se ve afectado por los diferentes factores abióticos que perturban las características fisicoquímicas del agua (contaminación), las cuales a su vez afectan la composición química de las moléculas en las plantas.

La composición química del jacinto de agua se caracteriza por su bajo porcentaje de materia seca ya que el 90 % de su contenido es agua (Rezania et al., 2015). Como se muestra en la Tabla 3.11, la composición de la pared celular varió para todas las fracciones, excepto la fibra detergente acida (FDA) que tuvo valores similares para todos los adsorbentes. Para la Ho, la composición de la materia se presenta en el orden siguiente Hemicelulosa > Celulosa > Lignina, para Ta y Ra el orden se presentó de la siguiente forma Celulosa > Hemicelulosa > Lignina, esto se podría deber al contenido celular el cual es mayor para estos adsorbentes en relación con el de la Ho. Köser et al, (1983) realizaron un análisis químico de la planta completa del jacinto de agua y reportaron que contiene principalmente 32 % de celulosa, 21 % de hemicelulosa y 14 % de lignina, además el análisis proximal exhibió que los valores de humedad y cenizas es de 11 y 12 %, respectivamente. Los valores reportados en este trabajo son semejantes, con excepción de la lignina que presenta un valor más bajo pero comparable con el del Ta que es de 15.94 %.

La composición química de los adsorbentes (Ho) y (Ta) son de 28.14, 28.40, 27.02, 12.97, 7.47 % y 39.20, 25.91, 15.94, 10.31, 7.39 % para la celulosa, hemicelulosa, lignina, humedad y cenizas, respectivamente. De acuerdo con la investigación realizada por Bolenz et al. (1990), reportaron una composición de 31 % de celulosa, 22 % de hemicelulosa, 7 % de lignina, 15 % de humedad y 6.5 % cenizas para hojas y tallos. Estos valores son ligeramente similares para la celulosa, hemicelulosa, humedad y cenizas en comparación a el valor de lignina que es muy bajo con respecto a este estudio.

Algunos autores (Nigam, 2002; Bergier et al., 2012; Ruan et al., 2016; Sharma & Aggarwal, 2020) han determinado que los valores del contenido de celulosa y hemicelulosa del jacinto de agua varían del 17,8 al 34,19 % y del 17,66 al 49,2 %, respectivamente, y el contenido de lignina varía del 1,9 al 26,36 %. Los valores reportados en este trabajo están dentro de estos intervalos. Una biomasa típica de plantas terrestres puede tener 30-50% de celulosa, 20-40% de hemicelulosa y 15-30% de lignina (Rezania et al., 2015).

Poddar et al. (1991) reportaron que los valores de la composición química de FDN y FDA son de 56.14 y 37.72 %, respectivamente. Abdelhamid & Gabr (1991) determinó que estos valores son de 62.3 y 29.0 %. Estos valores son bajos con respecto a este estudio, en la cual se reporta para FDN y FDA valores de 93.78, 81.11, 78.36 y 55.38, 55.20, 52.40 % para Ho, Ta y Ra, respectivamente. En la literatura sobre la composición química de jacintos de agua que se revisó para este trabajo, no se encontró ningún valor específico para la raíz, ya que siempre se reportan valores de hojas y tallos por separado, hojas y tallos juntos o plantas completa pero nunca determinando el valor la composición de la raíz.

Por otra parte, es importante mencionar que la aplicación de esta metodología se ha utilizado principalmente para la medición y cuantificación de contenido orgánico y otros elementos (celulosa, hemicelulosa, pectina, lignina, nitrógeno lignificado, cutina y sílica) presentes en los alimentos (pastos y forrajes) para rumiantes, debido a que la importancia en su alimentación es tanto física como química.

Las formas más comunes de expresar el contenido de fibra de los forrajes y alimentos fibrosos son como fibra detergente neutro (FDN) o fibra detergente ácido (FDA). La composición química de las fibras tiene implicaciones importantes en la alimentación del ganado multipropósito ya que contribuye a mantener la salud del rumen y del animal en general; en ganado lechero mantiene la producción de la leche tanto en cantidad como en calidad y además permite estimar el consumo voluntario, así como el contenido energético de los alimentos y forrajes (Weiss, 2000). La cantidad de fibra en la dieta debe ser tal que contribuya a mantener la salud del animal pero que no interfiera con el consumo de materia seca ni con la concentración energética de la dieta (West et al., 1999).

La fibra juega un papel importante dentro de la alimentación de rumiantes ya que esta se asocia con la funcionalidad digestiva, que a su vez cumple con el objetivo de mantener una buena salud y una eficiente digestibilidad. De lo contrario al realizar los estudios de composición de FDN y FDA se presentaría enfermedades como la acidosis ruminal, debido a que se presentan desequilibrios energéticos y una mala ingesta, causando otros problemas asociados a la baja productividad, pérdida de peso y algunas deficiencias reproductivas en algunas especies (Krämer-Schmid et al., 2016).

3.3.1.6 Espectroscopia de infrarrojo (FT-IR)

Los espectros en el infrarrojo para las diferentes partes del jacinto de agua (Hoja, Tallo, Raíz), han expuesto que los espectros tienen bandas en regiones similares al número de onda para todas las partes del jacinto. Algunos espectros muestran regiones de bandas más amplias y pronunciadas que otras, probablemente por la cantidad de ciertos grupos funcionales presentes. Los espectros FTIR de la biomasa natural se obtuvieron en la región espectral 4000 – 600 cm^{-1} . En la Figura 3.6 se muestran la comparación de espectros de los diferentes adsorbentes (Ho, Ta, Ra) del jacinto de agua. En la Tabla 3.12 se enlistan los valores de longitud de onda y los grupos funcionales característicos para cada adsorbente.

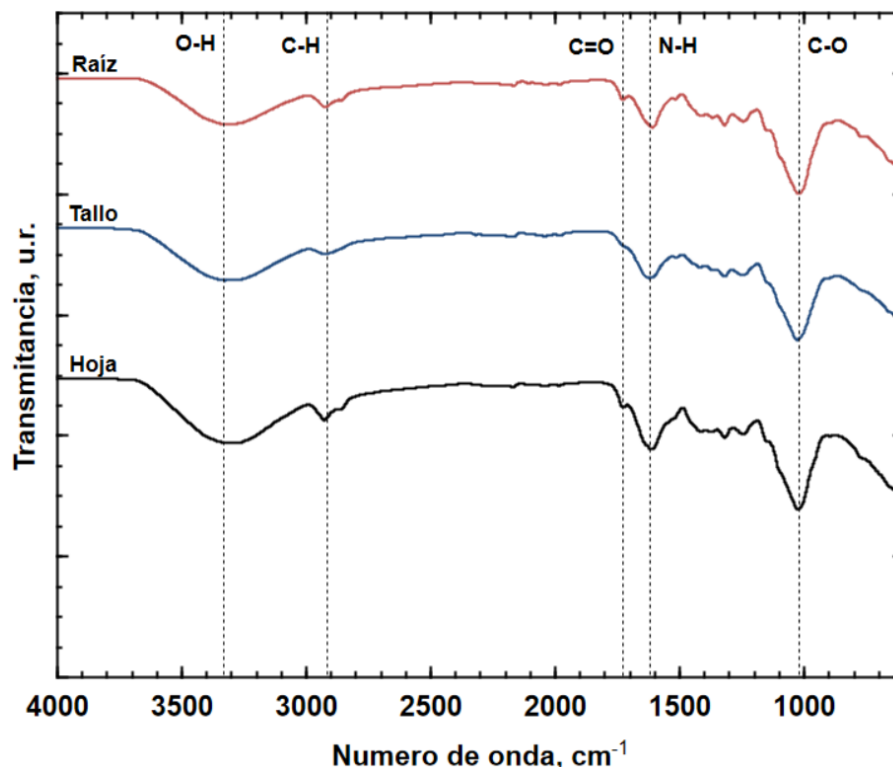


Figura 3.6. Espectro infrarrojo de la biomasa natural del jacinto de agua

Tabla 3.12. Frecuencia de longitud de onda de los espectros IR-ATR del jacinto de agua

Material	O-H	C-H	C=O	N-H	C-O
Hoja	3330	2930	1720	1610	1020
Tallo	3330	2925	1730	1610	1020
Raíz	3330	2930	1730	1620	1030

Para los espectros del jacinto de agua se exhibe una amplia banda de transmitancia alrededor de los 3330 cm^{-1} , la cual se atribuye a la vibración de estiramiento del enlace O-H de los grupos carboxílicos que generalmente están presente en el intervalo de $3400\text{ a }2500\text{ cm}^{-1}$ en la superficie de la fibra de los materiales lignocelulósicos (Neris et al., 2019; Komy et al., 2013). La amplitud de esta banda se atribuye a los enlaces de hidrógeno presentes en el material. Las bandas en $2930\text{ y }2925\text{ cm}^{-1}$ se asocia a las vibraciones de estiramiento de los enlaces C-H del (-CH₂; metileno) presente en el intervalo de $3000\text{-}2700\text{ cm}^{-1}$ (Elangovan, et al., 2008). Está en ocasiones enmascarada por la banda de los O-H; sin embargo, si el IR muestra una banda de transmitancia en $1720\text{ y }1730\text{ cm}^{-1}$ esta evidencia las vibraciones de estiramiento del grupo carbonilo C=O ($1730\text{-}1680\text{ cm}^{-1}$) que también se relaciona con la presencia de ácidos carboxílicos, cetonas y esterres presentes en hemicelulosa y celulosa (da Silva Correia et al., 2018; Salazar-Rábago y Leyva-Ramos, 2016). El espectro de curvatura a $1610\text{ y }1620\text{ cm}^{-1}$ podría asignarse a la vibración de flexión N-H de (-NH₂; amidas) presentes en la lignina del jacinto de agua (Yi et al., 2016; Sarkar et al., 2017). Las bandas a $1020\text{ y }1030\text{ cm}^{-1}$ podría asignarse a la vibración de estiramiento del grupo C-O, presentes en grupos hidroxilo alcohólicos, esterres y éteres de uno de los polisacáridos (lignina, celulosa

o hemicelulosa) como componente principal de la pared celular de la *E. crassipes* (Yi et al., 2016). Como se puede observar, no se presenta un cambio relevante entre dichos espectros, esto sugiere que la composición de la materia primara (Ho, Ta y Ra) son homogéneas.

Por otro lado, luego de realizar el equilibrio de adsorción de Pb(II) sobre la biomasa de jacinto de agua a una concentración de 600 mg/L durante determinado tiempo hasta alcanzar el equilibrio, se recuperó la biomasa saturada para posteriormente realizar un análisis por FTIR (Figura 3.7) con la finalidad de ver si los grupos funcionales presentes en la superficie del jacinto se ven involucrados e interactúan en la remoción del adsorbato en solución (Tabla 3.13).

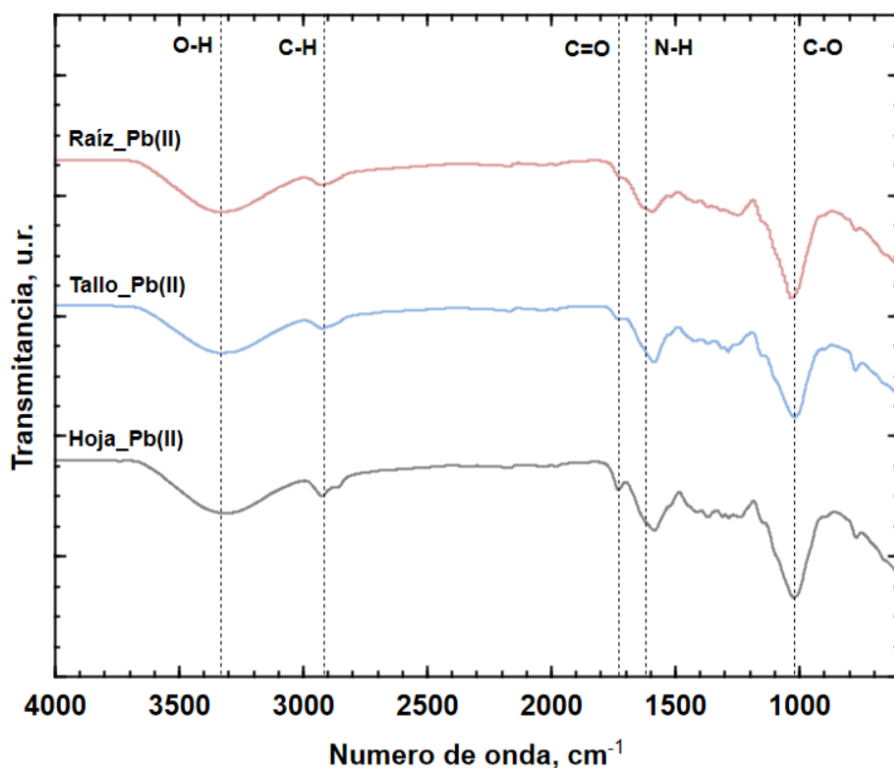


Figura 3.7. Espectro infrarrojo de la biomasa del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II)

Tabla 3.13. Frecuencia de longitud de onda de los espectros IR-ATR del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II)

Material	Espectros IR-ATR de la biomasa del Jacinto de Agua				
	O-H	C-H	C=O	N-H	C-O
Hoja	3331	2924	1730	1595	1023
Tallo	3330	2922	1720	1584	1018
Raíz	3332	2922	1720	1591	1028

El espectro IR de la biomasa (Fig. 3.6, Tabla 3.12) muestra picos característicos a 1020, 1610, 1720, 2930 y 3330 cm^{-1} , los cuales, según sus bandas asignadas son característicos de frecuencias de vibración de enlaces involucrados en la estructura de polímeros como la hemicelulosa, celulosa y lignina (Flórez-Ariza, 2018)

Sin embargo, en el espectro IR de la biomasa luego de haber realizado el equilibrio de adsorción de Plomo (II) (Fig. 3.7, Tabla 3.13), se muestra un cambio notable en las bandas FT-IR para algunos grupos funcionales. En general, todas las bandas de absorción (estiramiento) después de la biosorción se desplazaron de sus posiciones originales. Para el grupo hidroxilo de la biomasa Ho, Ta y Ra se puede apreciar un desplazamiento mínimo, que paso de 3330 cm^{-1} a 3331.10, 3330.91 y 3332.77 cm^{-1} después de la biosorción de plomo, este actúa como un importante centro de quelación en el material vegetal y sugiere la unión de Pb^{+2} en el grupo -OH (Komy et al., 2013).

Para el grupo C-H alifáticos, los espectros se encuentran ubicados a frecuencias de 2925.50 y 2930 cm^{-1} , los cuales después de la saturación se desplazaron a 2924.03, 2922.93 y 2922.11 cm^{-1} para Ho, Ta y Ra respectivamente.

Mientras que para los grupos C=O en la biomasa natural se presentaron para Ho en 1720 cm^{-1} , para Ta y Ra fueron de 1730 cm^{-1} , posterior al contacto de la solución de plomo estos espectros mostraron atenuación e incremento donde los valores cambiaron a 1730 cm^{-1} para la Ho y 1720 cm^{-1} para los adsorbentes Ta y Ra, básicamente 10 cm^{-1} de cambio para estos materiales, lo cual se podría adjudicar a las interacciones entre los grupos carbonilo y el plomo en solución (Medellín-Castillo et al., 2017).

Con respecto a la banda del grupo amida (N-H), se puede apreciar claramente un desplazamiento considerable para los picos ubicados en las frecuencias de 1610 cm^{-1} para Ho y Ta, así como a 1620 para Ra los cuales se desplazaron a 1595.20 , 1584.97 y 1591.86 cm^{-1} para Ho, Ta y Ra respectivamente. El primer desplazamiento es de 15 cm^{-1} mientras que los dos últimos desplazamientos, de 26 y 29 cm^{-1} cada uno (aproximadamente 2 y 4 veces por debajo del valor de los espectros de la biomasa natural). Por tanto, estos desplazamientos podrían atribuirse a que estos grupos funcionales estarían involucrados en la sorción del catión Pb(II), esto debido a la aparición de grupos carboxilato producto de la deprotonación de los grupos carboxílicos que probablemente se encuentren unidos a las estructuras poliméricas (Celulosa, Hemicelulosa y Lignina) presentes en las amidas N-H (Balasubramanian & Burghard, 2005). Esta conjetura es relacionada con el nivel de pH óptimo de sorción, puesto que los grupos carboxílicos tienen un valor de pKa alrededor de 4.0, esto significaría que están desprotonados a niveles de pH mayores a 4, convirtiéndose en principales sitios de adsorción ya que habría una interacción iónica entre los

grupos carboxilatos, cargados negativamente y los cationes metálicos Pb(II) (Meitei et al., 2013; Ibrahim et al., 2012).

Las atenuaciones y desplazamientos de los espectros se pueden observar con más detalle en la Figura 3.8 donde se compararon todos los espectros antes y después de la adsorción de Pb(II) sobre la biomasa de jacinto de agua.

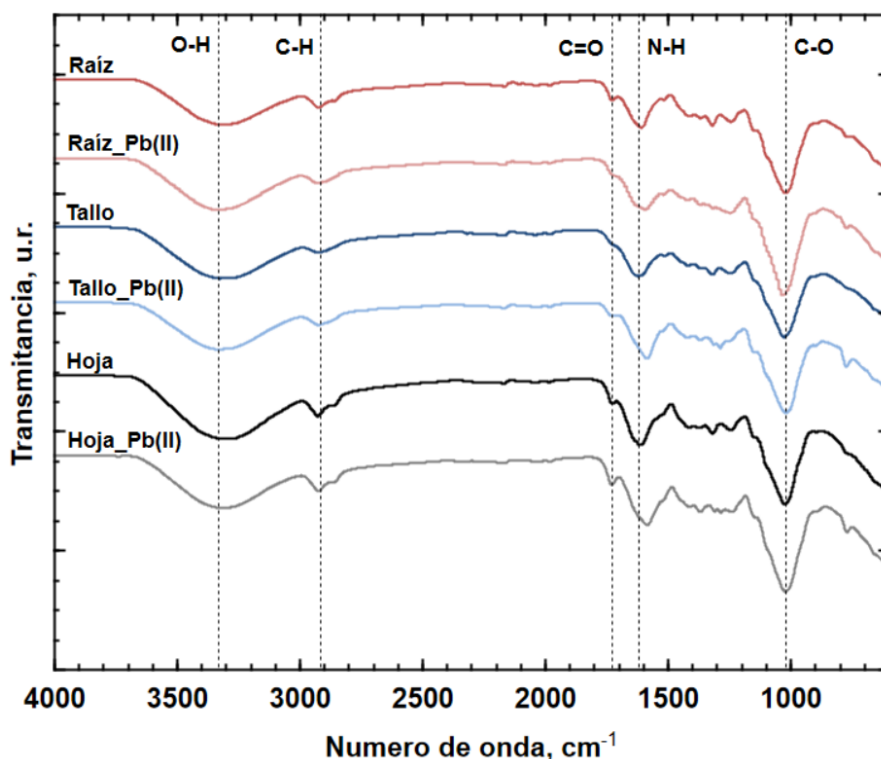


Figura 3.8. Comparación de los Espectro infrarrojo de la biomasa del jacinto de agua antes y después de la adsorción de Pb(II)

Finalmente, las vibraciones de estiramiento de C–O del grupo hidroxilo alcohólico que se encuentran en los espectros 1030 y 1020 cm^{-1} para los adsorbentes Ho, Ta y Ra cambian a una frecuencia más baja 1023, 1018.36 y 1028.85 cm^{-1} respectivamente; que puede atribuirse a las asociaciones del grupo hidroxilo con los iones plomo (Lim et al., 2008). De acuerdo con la Figura 3.8 se

puede percibir que los adsorbentes saturados con plomo presentan un pico más estrecho que los adsorbentes naturales, esto podría implicar que los grupos hidroxilos alcohólicos están involucrados durante la adsorción del metal (Torres et al., 2005).

Los espectros FT-IR de la biomasa del jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*) indicaron ligeros cambios en las frecuencias máximas de absorción después de haber estado en contacto con la solución de Pb(II) debido al hecho de que la unión de los iones metálicos causa una reducción en las frecuencias de absorción. Estos cambios en la absorbancia observados implican que hubo procesos de unión de metales en los sitios activos de la biomasa y además que estos grupos juegan un papel importante en la eliminación de iones cargados positivamente de la solución.

3.3.1.7 Análisis termogravimétrico

Las curvas termogravimétricas del análisis de la biomasa del jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*) Hoja, Tallo y Raíz se obtuvieron entre los 25 a 500 °C en atmosfera de N₂.

De manera general, la descomposición de las muestras se puede dividir en tres etapas: la primera, exhibe la humedad presente en la muestra y compuestos orgánicos volátiles, generando una pérdida de peso inicial a partir de 30 °C hasta aproximadamente 150 °C (Rahman., 2018). La segunda etapa es atribuida a la descomposición térmica de hemicelulosa y celulosa en un rango de temperatura de 200 °C a 400°C (Ghetti et al., 1996; Gao et al., 2013) y posteriormente la tercera etapa asociada a la descomposición de la lignina para los materiales lignocelulósicos, observada entre los 440 °C a 520 °C (Harun et al., 2011; Gao et

al., 2013). Sin embargo, la lignina sufre una descomposición gradual en un amplio intervalo de temperatura desde los 300 °C hasta 1000 °C (Caballero et al., 1997; Williams et al., 2000; Fisher et al., 2002; Manyà et al., 2003; Ververis et al., 2004;)

Las curvas termogravimétricas (TGA) y termogravimétricas de la primera derivada (DTGA) para Ho, Ta y Ra se presentan en la Figura 3.9 y 3.10.

En la Figura 3.9 se observa la primera etapa de pérdida de peso de la (Ra) del jacinto de agua a 47 °C que corresponde a la sublimación del agua presente en la muestra. En la segunda etapa se distinguen dos picos bimodales, en una temperatura de 334 °C que se asocian a la volatilización de la holocelulosa (hemicelulosa y celulosa). Finalmente, la última etapa alrededor de 477 °C que se atribuye a la degradación de la lignina como el componente final del material lignocelulósico. La descomposición más allá de los intervalos de temperatura mencionados se asocia a la formación de carbón pirolítico y algunas materias inorgánicas debido a la materia remanente de la muestra. Se relaciona una mayor pérdida de peso de 47.9 % que se encuentra cercana a 334 °C atribuida a la variación proporcional del contenido de las capas lignocelulósicas. Al final del análisis se obtuvo una pérdida total de peso de 78.63 %, debido a la formación de carbono resultado del proceso.

Por otro lado, las curvas TGA y DTGA del (Ta) de jacinto de agua, exhiben del mismo modo tres etapas de pérdida de peso, durante el proceso e incremento de la temperatura, la primera etapa se observa a una temperatura de 45.4 °C con aproximadamente una pérdida del 3 % del peso inicial debido a la humedad del material, esta temperatura se asemeja a la temperatura de la muestra de (Ra) de jacinto de agua.

La segunda etapa se aprecia un pico homogéneo definido, contiguo a 315.9 °C, esta temperatura se encuentra asociada a la mayor pérdida de peso (45.4 %) del peso total, esto sugiere un contenido mayor de celulosa, ya que es uno de los compuestos de mayor proporción de las fibras lignocelulósicas. Como se observa se presenta una pequeña diferencia de temperatura en esta etapa, con respecto a la Raíz del jacinto, no obstante, el intervalo de temperatura en el que se encuentran ambos materiales es similar. Posteriormente, se muestra la etapa final cerca de los 480.7 °C donde los compuestos orgánicos (Lignina) presentes en la muestra han sido volatilizados en su totalidad. Del análisis se obtuvo una pérdida total de peso de 71.2 % presentando un comportamiento similar a la Raíz de jacinto.

Finalmente, las curvas de la (Ho) de jacinto de agua, también se dividen en tres etapas, con rangos de temperatura similares. Estas etapas se presentaron a 41.0 °C, 317.4 °C y 472.1 °C, respectivamente; para cada etapa en relación con los materiales anteriores presentaron un comportamiento similar a las pérdidas de peso; estas se dieron de la siguiente manera. Para la primera etapa se indica una pequeña pérdida de peso cercano a un 2.9 o 3% debido a la evaporación de agua y compuesto volátiles presentes en la muestra. Enseguida, se presenta la segunda etapa donde la pérdida de masa manifiesta una tasa más alta con un valor del 43.1 % del peso total, esta etapa se presenta una desgasificación producto de la pirolisis. Posteriormente, se exhibe la etapa final donde la última temperatura representa una gran pérdida de masa cercano al 69.1% comportamiento característico de los materiales que se encuentran formados por fibras de celulosa, hemicelulosa y lignina. Por otra parte, comparando los materiales de Hoja, Tallo y Raíz, se observa el mismo comportamiento y temperaturas de degradación similares.

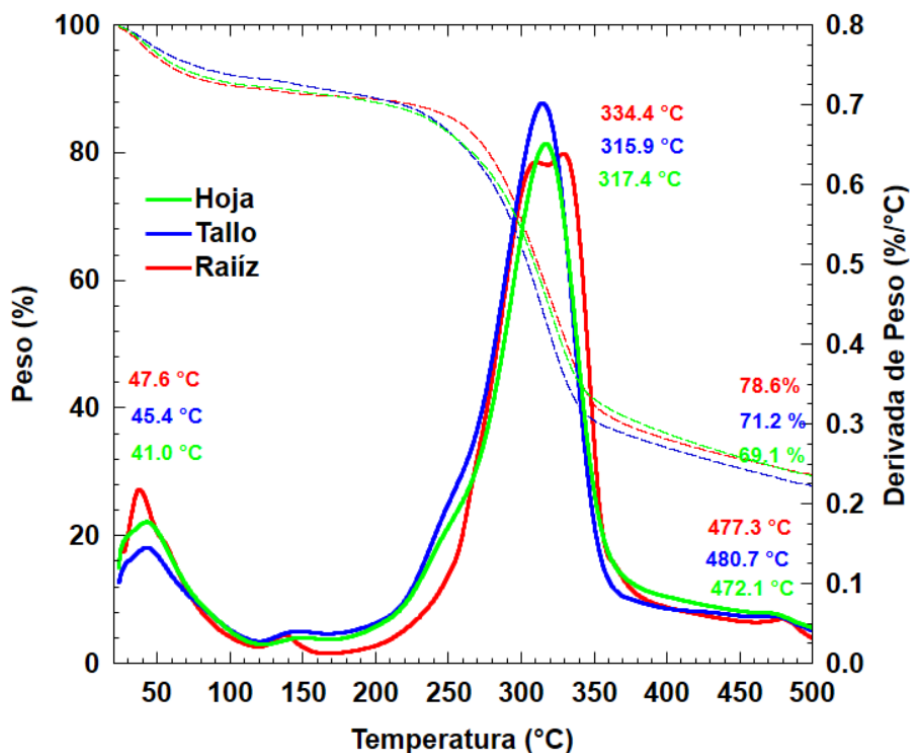


Figura 3.9. Análisis termogravimétrico del jacinto de agua (Ho,Ta,Ra)

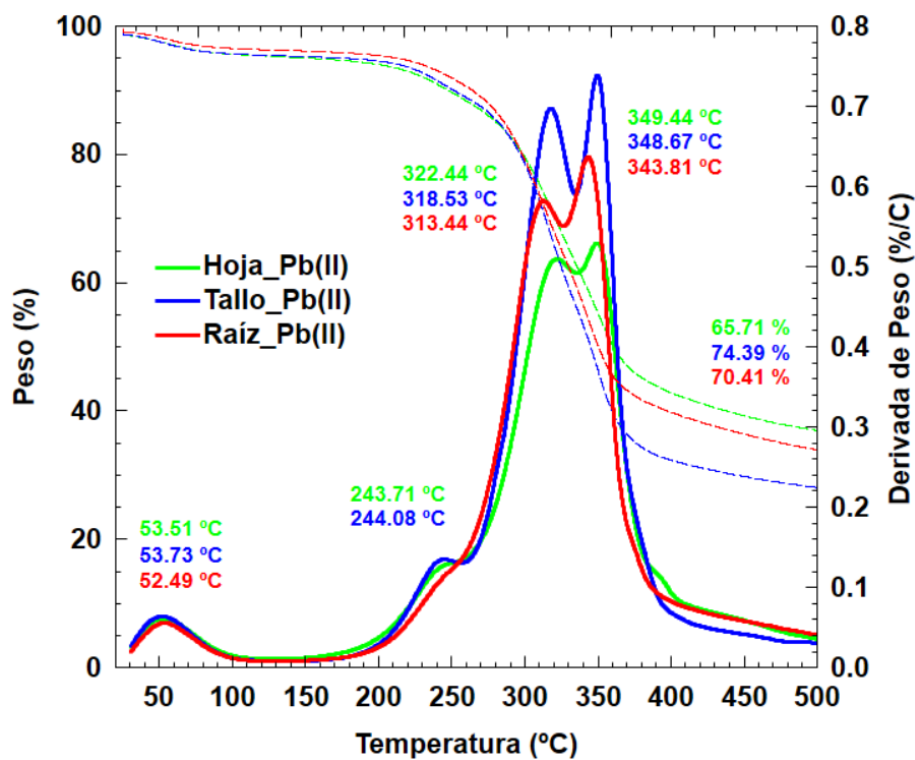


Figura 3.10. Análisis termogravimétrico del jacinto de agua (Ho,Ta,Ra) después de la adsorción de plomo

Para establecer el mecanismo de adsorción sobre los grupos superficiales presentes; los adsorbentes saturados también se sometieron a análisis termogravimétrico. El termograma de los adsorbentes Ho, Ta y Ra saturados se presentan en la Figura 3.10. Es importante mencionar que la degradación térmica se produjo en 3 etapas para los adsorbentes naturales y en 4 etapas para los adsorbentes saturados. La saturación en Ho, Ta y Ra resultó en un pequeño cambio en el primer pico DTG de 41.0, 45.4 y 47.6 °C a 53.51, 53.73 y 52.49 °C, respectivamente, que ilustra un cambio insignificante en la estabilidad térmica de la materia con la pérdida de humedad (Blazquez et al., 2012).

Contiguo a lo anterior, se presentó el segundo lapso donde solo se pudo observar el cambio de estabilidad térmica en dos de los tres adsorbentes, estos se presentaron en las muestras saturadas de Ho y Ta, a una temperatura 243.71 y 244.08 °C. Estos picos no se observaron en las curvas DTG en los adsorbentes naturales de Ho, Ta y Ra ni para la Ra en las muestras saturadas, esta diferencia podría asociarse a que la concentración adsorbida de plomo es mayor para los adsorbentes Ho y Ta como se puede apreciar las micrografías del análisis MEB.

Posteriormente, para los adsorbentes Ho, Ta y Ra con saturación de Pb(II) se observó la división o abertura de las curvas en dos etapas (3 y 4), la cual no se vio presente en los adsorbentes naturales ya que estos se observaron en un pico único a 334.4, 315.9 y 317.4 °C respectivamente, mientras que en los adsorbentes saturados se observó un pico de temperatura disminuido a 322.44, 318.53, 313.44 °C y una elevación de la temperatura a una tasa de degradación máxima de 349.44, 348.67 y 343.81 °C para la Ho, Ta y Ra respectivamente; esto puede explicarse por la reticulación de las cadenas de celulosa a través de la complejación intermolecular

de los iones Pb(II) ya que demuestra una mayor estabilidad térmica de la materia. (Paduraru et al., 2015; Singha y Guleria, 2014).

Finalmente, en el termograma (Figura 3.9) de los adsorbentes Ho, Ta y Ra naturales se presenta la tercera etapa a una temperatura de 472.1, 480.7 y 477.3 °C respectivamente, esta se encuentra asociada a la formación de carbón pirolítico debido a la combustión total de las especies de carbono presentes en la estructura del jacinto de agua (Gaur et al., 2018). Como se puede observar este rango o pico de temperatura no se presentó en los adsorbentes saturados (Figura 3.10) debido tal vez a la ocupación de ion plomo en alguno de los polímeros de los adsorbentes.

Para ambos termogramas las curvas TGA y DTG revelan la diferencia entre la pérdida de peso asociadas con las temperaturas para los materiales naturales y los saturados con plomo. La mayor diferencia ocurre alrededor de 300 °C, donde los adsorbentes naturales (Ho, Ta, Ra) muestran una pérdida del 56.24, 57.14 y 58.34 % a 317.4, 315.9 y 334.4 °C respectivamente.

Como se mencionó anteriormente los adsorbentes saturados con plomo muestran dos desplazamientos en rangos de temperatura a 310 - 350 °C, en la cual se observa una pérdida máxima peso de 25.60 % a 322.44 °C y 22.10 % a 349.44 °C para la Ho, de igual manera para el Ta la pérdida máxima de peso es de 31.82 % a 318.53 °C y 26.58 % a 348.67 °C, así como para la Ra de 32.67 % a 313.44 °C y 24.47 % a 343.81 °C. Tomando en cuenta los dos picos de temperatura estas pérdidas representarían un máximo de 47.70, 58.40 y 57.14 % para la Ho, Ta y Ra respectivamente. La diferencia en (%) de la pérdida de masa entre los adsorbentes naturales y los saturados podría atribuirse a la cantidad adsorbida de plomo (Hammud et al., 2014)

3.3.1.8 Análisis elemental

El análisis elemental se utilizó para identificar las proporciones de elementos de carbono (C), hidrógeno (H), nitrógeno (N), azufre (S) y oxígeno (O) que conforman a la biomasa del jacinto de agua. Para el análisis se utilizó un analizador elemental CHNS-O de la marca Thermo Scientific, modelo FlashSmart. Este instrumento determina la concentración de estos elementos mediante el análisis de los diferentes productos en combustión (Wauton & William, 2019). En la Tabla 3.14 se especifican los porcentajes de las composiciones obtenidas de los adsorbentes Ho, Ta y Ra.

Tabla 3.14. Análisis elemental (CHONS) de los adsorbentes de Ho, Ta y Ra

Muestra	% C	% H	% N	% S	*%O
Hoja	42.142	5.809	2.558	N.D	49.491
Tallo	39.257	5.625	0.818	N.D	54.300
Raíz	40.416	5.443	1.052	N.D	53.090

*Calculado por diferencia

De manera general, los valores obtenidos del análisis elemental para todos los adsorbente del jacinto de agua se presentaron de la siguiente manera, Carbono > Hidrogeno > Nitrógeno > Azufre, este último no presento valores detectables en la muestra, por lo tanto, no se obtuvo ningún valor. También, se observa la cuantificación con respecto al Oxigeno sin embargo este valor se toma como referencia ya que se calcula por diferencia y no directamente en el equipo. Estudios anteriores (Bergier et al., 2012; Hu et al., 2015) han reportado valores de la composición elemental de hojas y tallos que varían en intervalos de 33.00 a 46.52 % (C), 5.30 a 6.61 % (H), 1.5 a 4.3 % (N), 27.5 a 39.70 % (O) y 0.35 a 0.59 % (S)

presentes en el jacinto de agua. Estos valores se comparan estrechamente con los resultados obtenidos en el presente estudio, con una mínima excepción del oxígeno que presenta un valor más alto, esto se atribuye a que el azufre no presentó ningún valor y ya que el oxígeno es calculado por diferencia, este tendería a incrementar.

Por su parte, algunos investigadores (Deshpande et al., 2008; Sharma & Aggarwal, 2020) han determinado el análisis elemental de la planta completa del jacinto de agua con valores en intervalos que oscilan entre los 45 – 50 % de Carbono, 5.30 – 5.50 % de Hidrogeno, 1.80 – 3.20 % de Nitrógeno, 0.25 – 0.35 % de Azufre. Los valores reportados en este trabajo están dentro de estos intervalos. Asadullah et al, (2007) mencionan que las discrepancias en los valores pueden atribuirse a la diferencia en la ubicación geográfica de la biomasa utilizada en los diferentes estudios.

Como se puede observar en la Tabla 3.14 los resultados del análisis, los adsorbentes alcanzan entre 40 y 43 % de carbono en su composición, siendo la Ho que presenta el mayor porcentaje. Este porcentaje es considerado importante, dentro de un material utilizado para combustible, puesto que el carbono constituye la principal fuente de combustión y aumento del poder calorífico. Sin embargo, se estima que mientras más porcentaje de carbono tenga un combustible, mayor generación de CO₂ tendrá durante su combustión. (Vélez et al., 2014). En relación con esto, Friedl et al., (2005) encontró que la composición elemental de la biomasa de jacinto de agua tiene un efecto importante en la disposición de diferentes procesos de carbonización, además que el bajo contenido de nitrógeno (< 2.55 %) en peso favorece la producción de bio – aceites y biogás.

Ahora bien, en la Tabla 3.15 se muestran los resultados obtenidos del análisis de la biomasa del jacinto de agua con ICP, la cual es una técnica analítica precisa y sensible con límites de detección bajos que permite la determinación de elementos en toda la biomasa, y no solo puntualizada sobre una parte de la superficie como lo es en el caso de SEM-EDX (Michalak et al., 2018).

Tabla 3.15. Contenido de elementos obtenidos en el análisis de cenizas por espectrometría de emisión por plasma inductivamente acoplado (ICP).

Contenido (%)	Hoja	Tallo	Raíz
Al	1.853	0.121	1.735
Ba	0.064	0.052	0.081
Ca	20.236	13.818	12.385
Cd	0.001	N.D	0.008
Cu	0.037	0.049	0.026
Fe	1.209	0.258	3.451
K	18.791	19.780	12.349
Mg	2.655	3.078	3.264
Mn	0.585	0.363	1.758
Na	1.141	0.642	1.724
Ni	0.023	0.006	0.027
Si	3.908	0.679	10.738
Sr	0.117	0.100	0.074
Ti	0.055	0.023	0.098
Zn	0.097	0.073	0.287

El análisis reveló que los elementos que se encuentran en mayor proporción en los adsorbentes Ho, Ta y Ra son el Aluminio (Al), Calcio (Ca), Hierro (Fe), Potasio (K), Magnesio (Mg), Sodio (Na) y Silicio (Si), también se presentaron valores de

elementos metálicos como Aluminio (Al), Bario (Ba), Cadmio (Cd), Cobre (Cu), Hierro (Fe), Manganeso (Mn), Níquel (Ni), Titanio (Ti) y Zinc (Zn) que se encuentran presentes en menor proporción. Una ventaja de la presencia de estos elementos es que favorecería la adsorción del adsorbato estudiado ya que podrían presentarse mecanismos de adsorción como el intercambio iónico y reacciones de complejación.

Como se señala en la Tabla 3.15 los elementos metálicos se encuentran absorbidos en mayor proporción en la Ra del jacinto de agua ya que esta parte de la planta es la que se encuentra en mayor contacto con la columna de agua. Como resultado general, todos los adsorbentes presentaron elementos indeseables como componentes menores, por lo que algunos usos propuestos para el jacinto de agua representan prácticas insostenibles, ya que promueven la bioacumulación de elementos tóxicos en las cadenas alimentarias que a su vez causará problemas de salud a largo plazo, así como impactos ambientales nocivos.

Diversos estudios (Quispe-Baldeón et al., 2017; Jones et al., 2018; Prabakaran et al., 2019; Ansari et al., 2020) mencionan que el jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*) se ha utilizado para la fitorremediación y fitoextracción ambientalmente sostenible del agua. Sin embargo, esta planta al aparecer en un cuerpo de agua lleva a cabo la misma mecánica de remediación como parte natural de su ciclo de vida. Jones et al. (2018) mencionan que la acumulación de estos elementos puede atribuirse a varios factores como: la procedencia y edad de la planta, las condiciones climáticas, la temperatura del agua, la química del agua específica del sitio y las diferentes concentraciones iniciales y estados de oxidación de las especies de metales y otros nutrientes presentes, así como también la dinámica y dependiente de muchas variables, como la temperatura, la

precipitación, el viento y la escorrentía de aguas superficiales asociadas y los cambios de agua subterránea que resultan de estos.

3.3.1.9 Microscopia electrónica de barrido

El microscopio electrónico de barrido (SEM) es una herramienta útil para conocer la estructura y distribución de la porosidad aparente de la muestra, además permite examinar a detalle la morfología y el relieve de la superficie.

En las Figuras 3.11, 3.13 y 3.15 se ilustran las micrografías de los adsorbentes de Ho, Ta y Ra, respectivamente. En ellas se observa la textura y morfología de los adsorbentes donde se corrobora su naturaleza fibrosa alargada, con una superficie irregular que presentan crestas en sus bordes. Además, exhibe una forma no homogénea ya que se crean concreciones en las uniones de las fibras (celulosa), en las cuales se observan poros en tamaños de diferentes proporciones de los cuales se crea un relieve en forma tabular y capas; estas formaciones se encuentran unidas entre sí por la lignina que es propia de los materiales lignocelulósicos.

Por otra parte, las Figuras 3.12, 3.14 y 3.16 ilustran las fotomicrografías del SEM de los adsorbentes de Ho, Ta y Ra con Pb (II) adsorbido, respectivamente. Para todos los adsorbentes es posible apreciar micropartículas aglomeradas en la superficie del material, concordando con lo observado en los resultados reportados por Medellín-Castillo et al. (2017), ya que la presencia de estas indica un mecanismo de micro precipitación sobre toda la superficie; además esta aglomeración se puede observar decreciendo sobre cada uno de los adsorbentes en el orden siguiente Ho >Ta >Ra.

Durante la observación, la presencia del plomo en la superficie de los materiales se confirmó por medio de un análisis semicuantitativo utilizando la espectroscopía de energía dispersiva de rayos-X (EDS) acoplada al SEM. Este análisis exhibe la composición elemental y la presencia de otros iones sobre las muestras.

En las Figuras 3.17 (a, b, c) se ilustran los espectrogramas de cada uno de los adsorbentes sin adsorción de plomo, donde se puede observar las señales correspondientes a los cationes Na^+ , K^+ , Ca^{+2} , Mg^{+2} , Si^{+2} , Al^{+3} y algunos aniones como Cl^- y S^{+2} . Además, para cada una de los adsorbentes se presentan los picos característicos del carbón y oxígeno lo cual no hace más que corroborar la composición orgánica del material. Como se ha reportado algunos estudios anteriormente, todos estos iones se encuentran presentes debido a que la planta es considerada naturalmente bio-acumuladora de moléculas tanto orgánicas como inorgánicas (Meitei & Prasad, 2013). Por otro lado, se observa la presencia de oro, este último se debe a que las muestras se recubrieron con Au previo a su análisis.

Finalmente, en las Figuras 3.18 (a, b, c) se presentan los espectrogramas del análisis EDS de los adsorbentes Ho, Ta y Ra con Pb(II) adsorbido donde se observa la aparición de los picos que caracterizan la presencia del plomo a los valores de energía de 2.4 y 10.4 kV. La intensidad de la señal de Pb (II) detectada con respecto al pico del carbón fue menor, lo cual se asocia a la micro precipitación de Pb (II) que sucede sobre los adsorbentes y que se relaciona con la atenuación general de sus espectros FTIR (Ver Figura 3.8). Lo anterior revela que el Pb (II) se remueve por distintos mecanismos en todos los materiales.

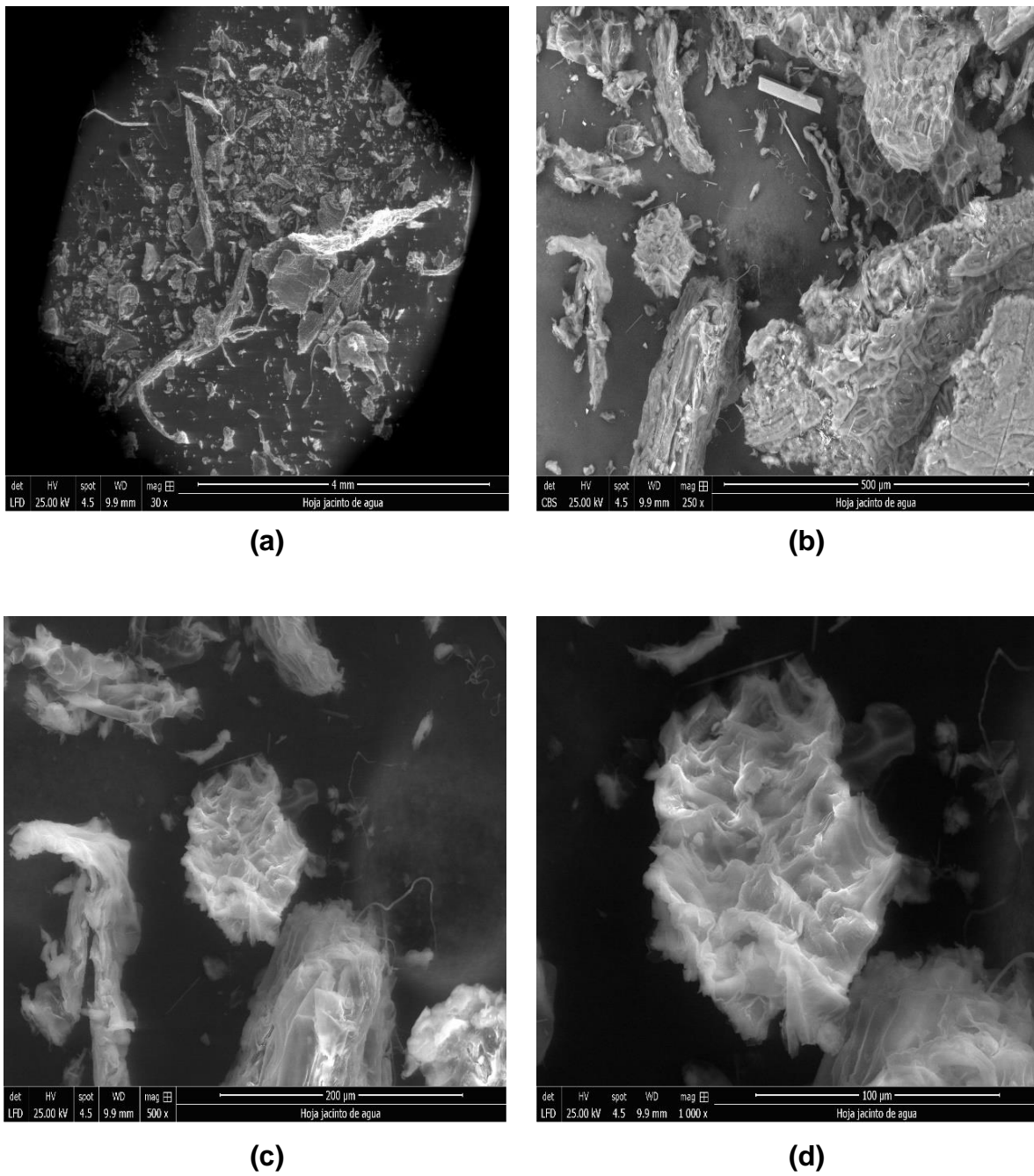


Figura 3.11. Fotomicrografías de la biomasa (Hoja) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 30x, (b) 250x, (c) 500x y (d) 1000x

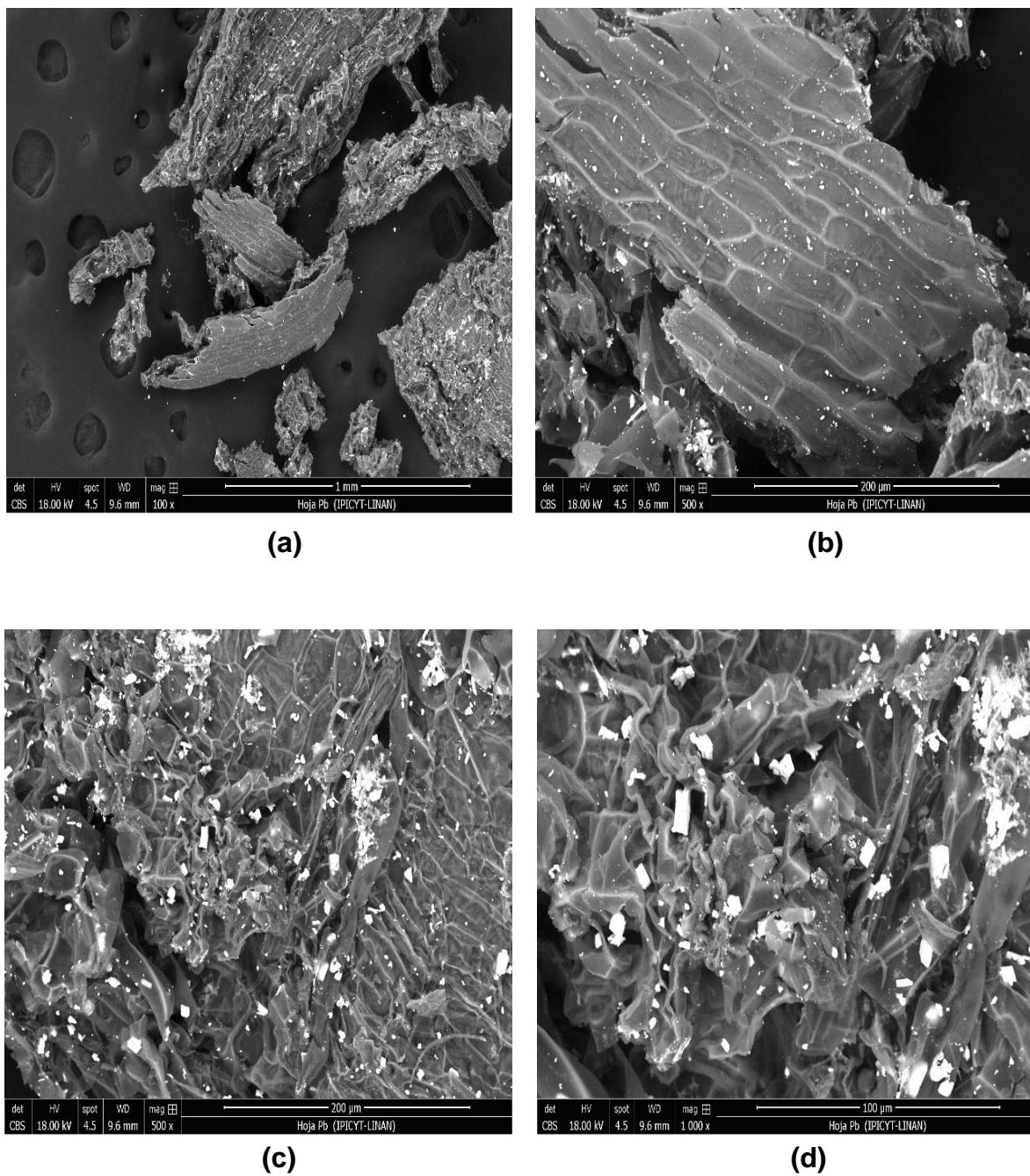
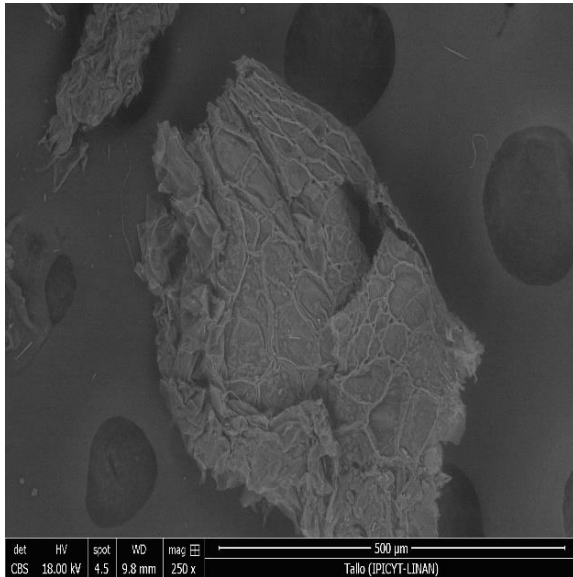
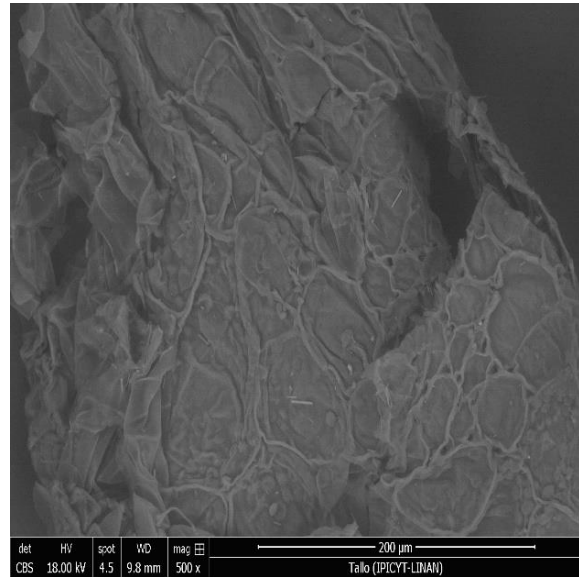


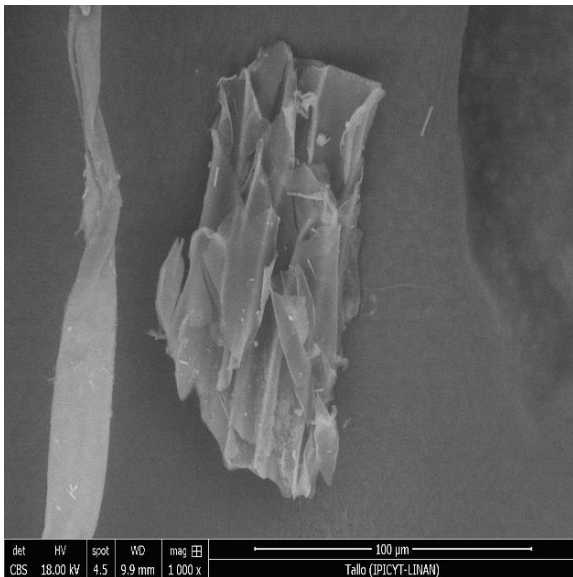
Figura 3.12. Fotomicrografías de la biomasa (Hoja) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 100x, (b) 500x, (c) 500x y (d) 1000x



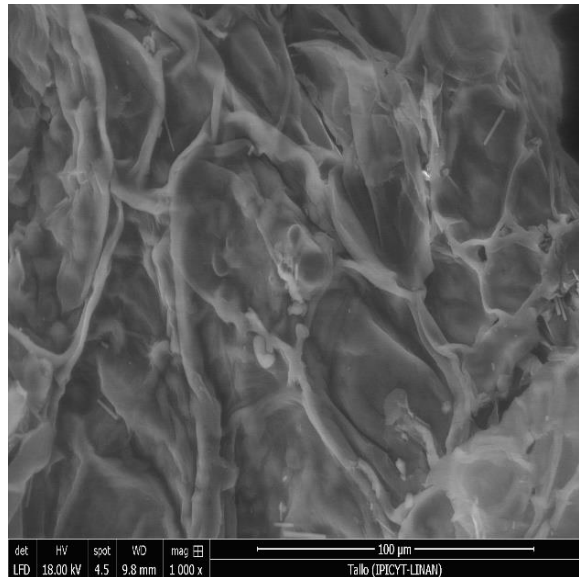
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 3.13. Fotomicrografías de la biomasa (Tallo) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 1000x y (d) 1000x

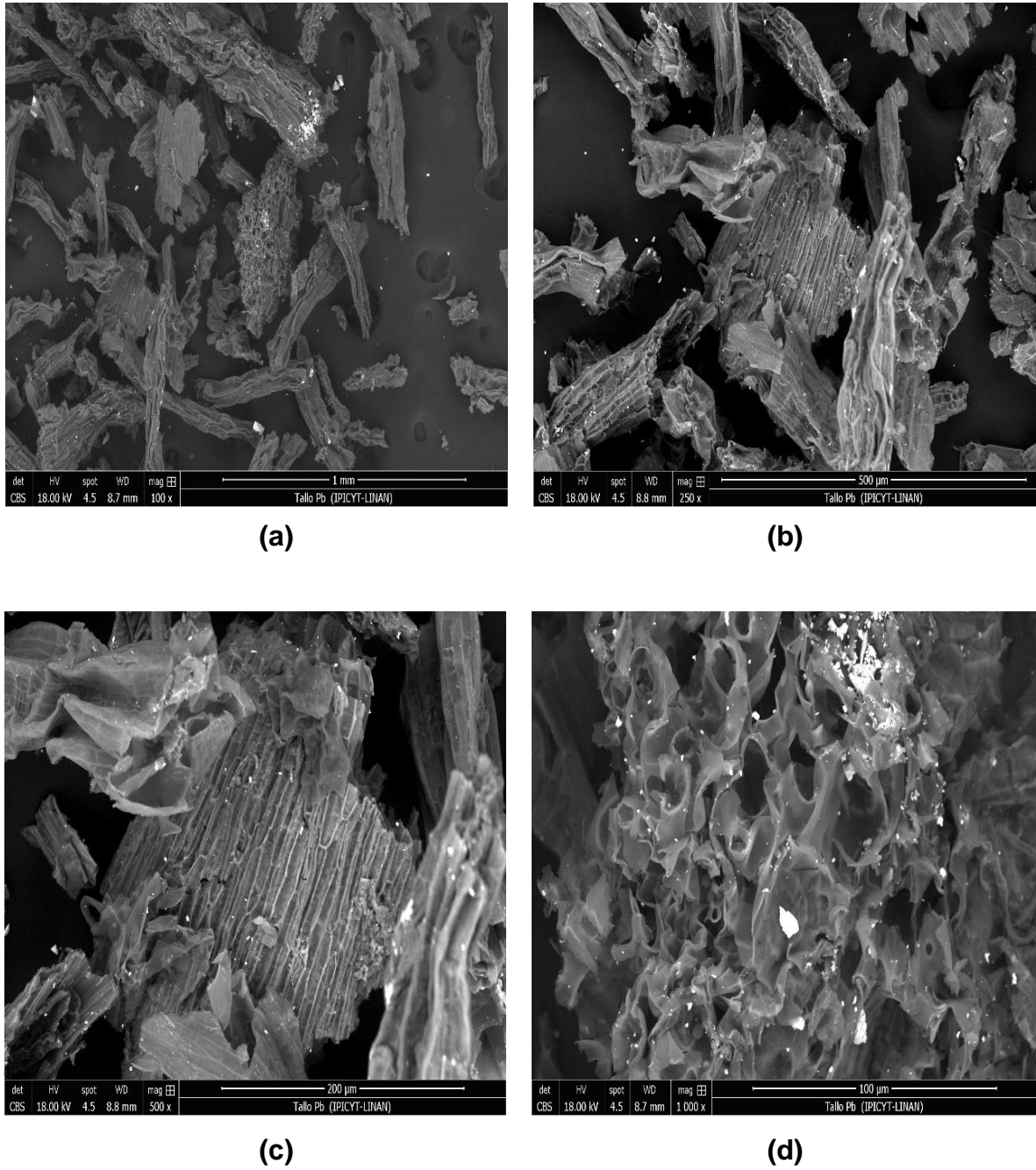
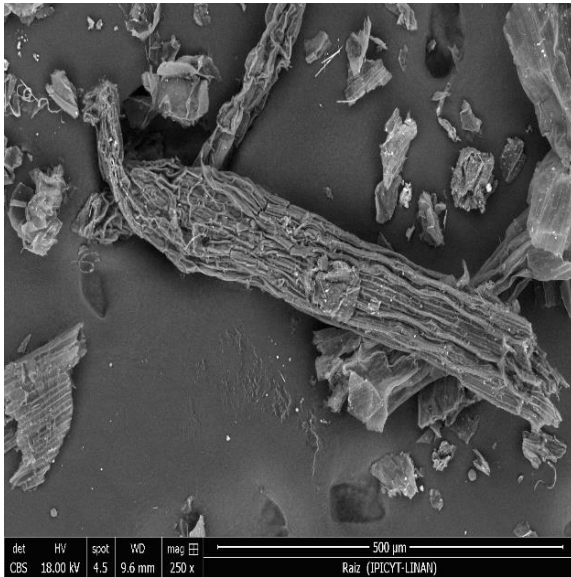
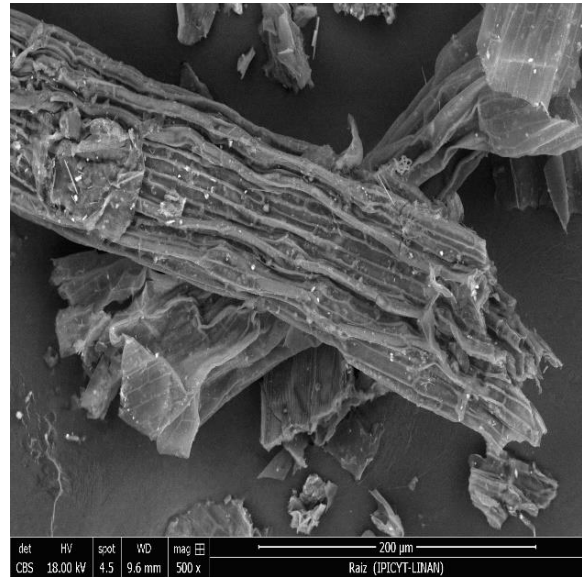


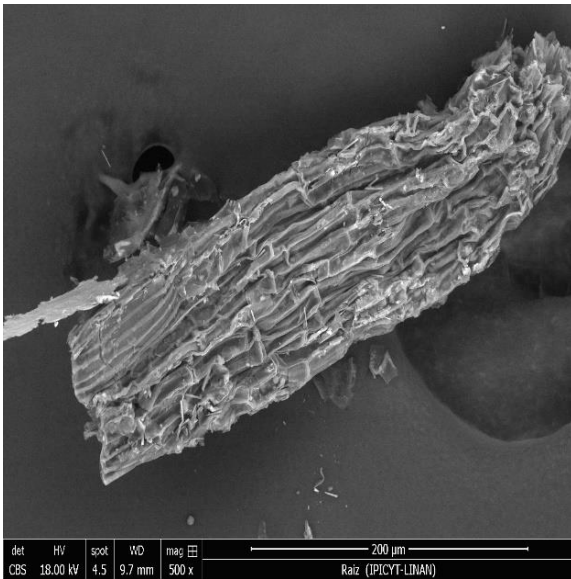
Figura 3.14. Fotomicrografías de la biomasa (Tallo) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 100x, (b) 250x, (c) 500x y (d) 1000x



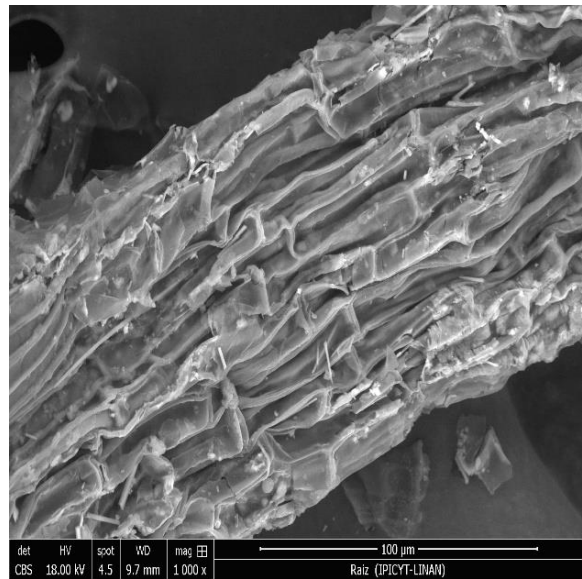
(a)



(b)

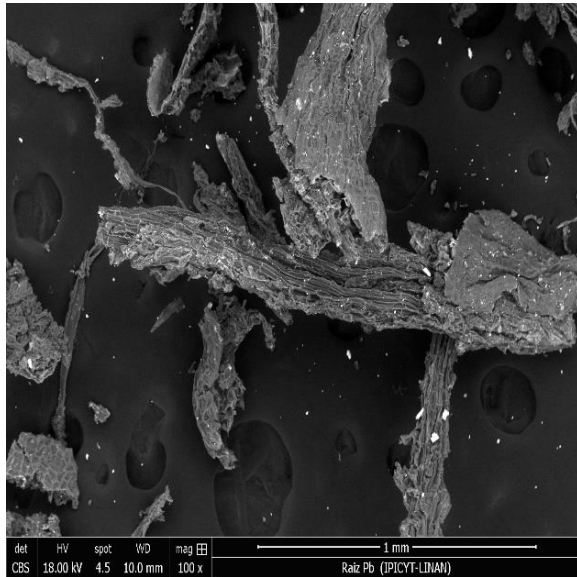


(c)

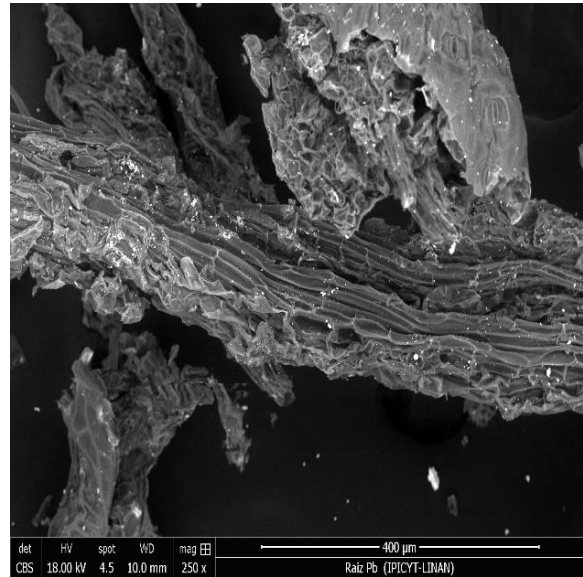


(d)

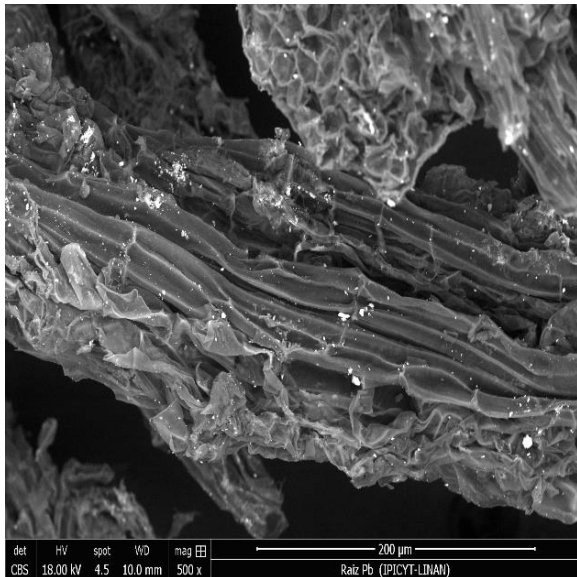
Figura 3.15. Fotomicrografías de la biomasa (Raíz) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 500x y (d) 1000x



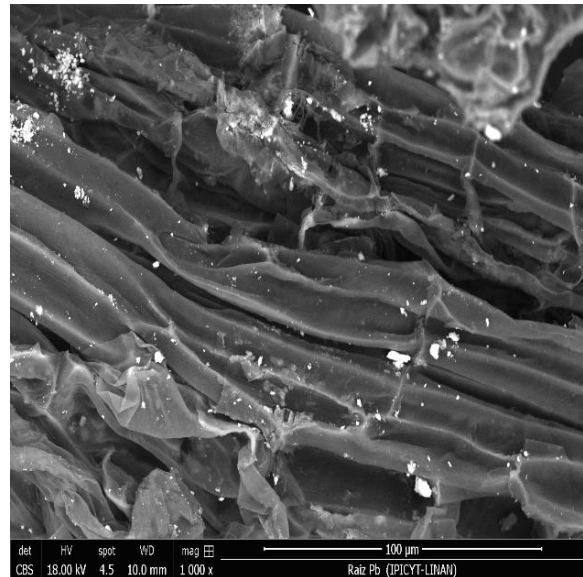
(a)



(b)

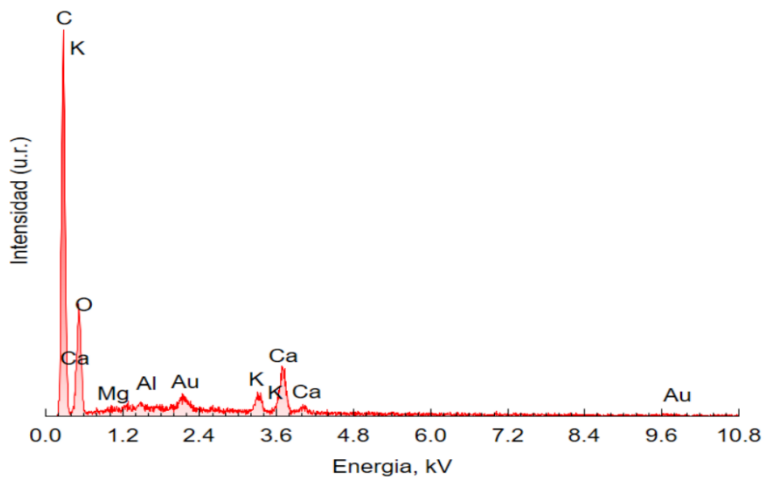


(c)

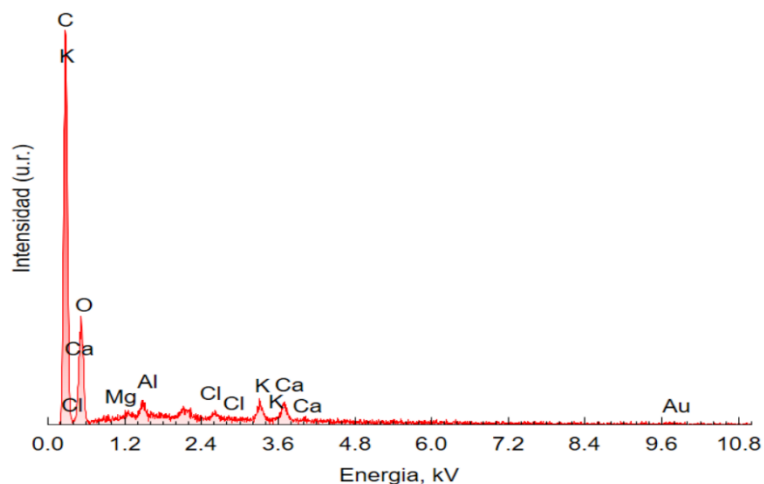


(d)

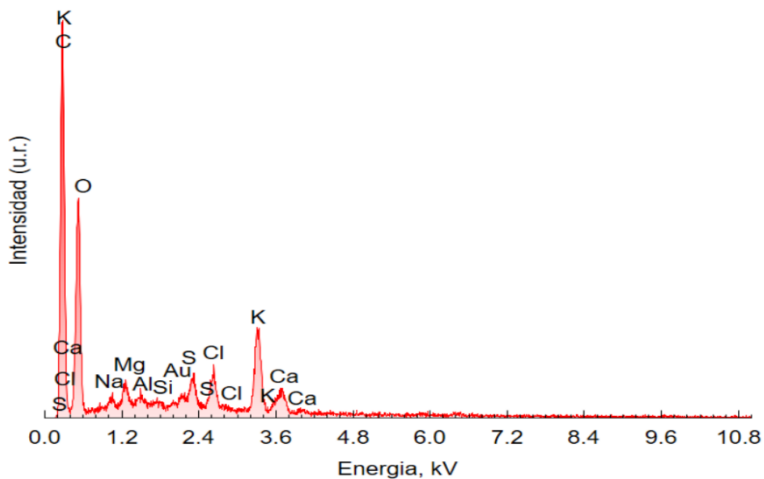
Figura 3.16. Fotomicrografías de la biomasa (Raíz) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 100x, (b) 250x, (c) 500x y (d) 1000x



(a)

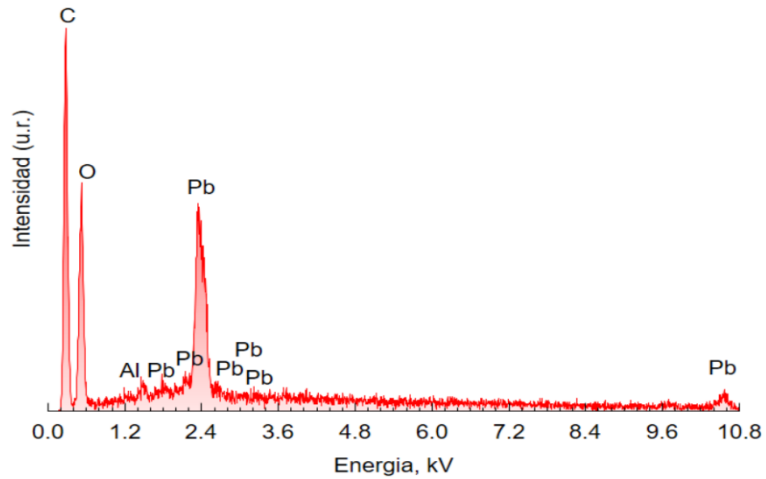


(b)

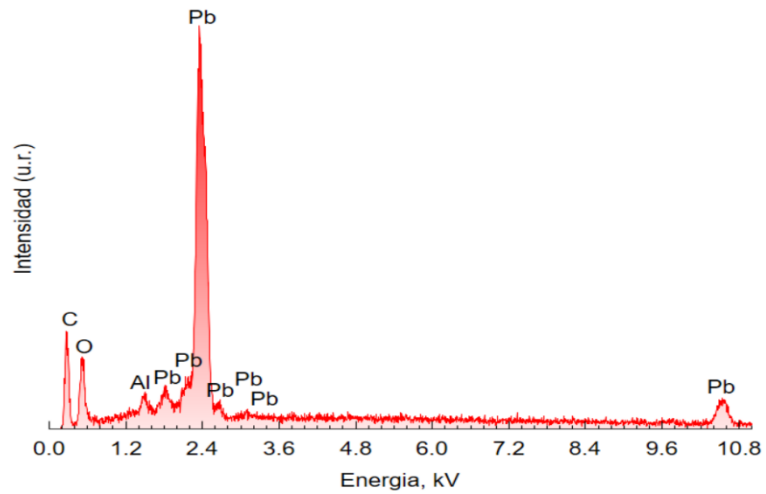


(c)

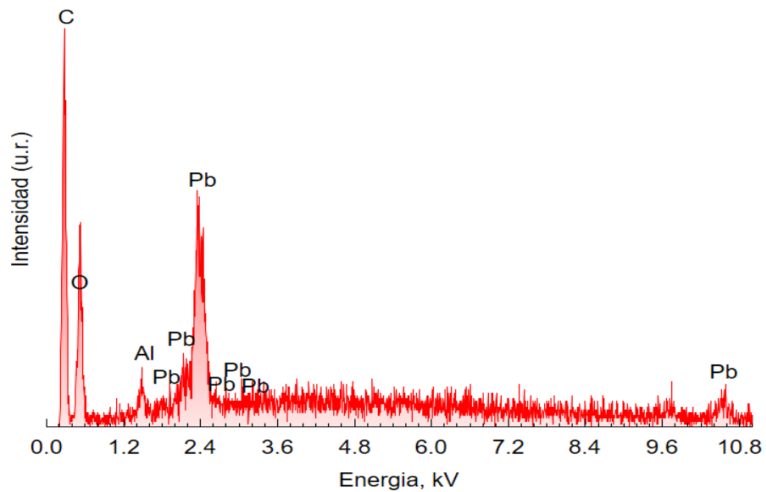
Figura 3.17. Espectrogramas de Fluorescencia de Rayos-X de la superficie de los adsorbentes: (a) Hoja, (b) Tallo y (c) Raíz del jacinto de agua.



(a)



(b)



(c)

Figura 3.18. Espectrogramas de Fluorescencia de Rayos-X de la superficie de los adsorbentes con Pb(II): (a) Hoja, (b) Tallo y (c) Raíz del jacinto de agua.

3.3.2 Equilibrio de adsorción de Pb(II) sobre la biomasa natural del jacinto de agua (*Eichhornia Crassipes*).

Los datos experimentales del equilibrio de adsorción de Pb(II) sobre la biomasa natural del jacinto de agua (H_0 , T_a , R_a) se interpretaron con las isothermas de adsorción de Freundlich, Langmuir y Prausnitz-Radke, respectivamente; estos modelos matemáticos se presentan por las siguientes ecuaciones:

$$q = kC^{\frac{1}{n}} \quad (3.16)$$

$$q = \frac{q_m kC}{1+kC} \quad (3.17)$$

$$q = \frac{aC}{1+bC^{1-\beta}} \quad (3.18)$$

Los parámetros de estas isothermas de adsorción se estimaron utilizando un método de mínimos cuadrados que se basa en el algoritmo de optimización de Rosenbrock-Newton, en el cual se emplea la función objetivo siguiente:

$$R = \sum (q_{\text{exp}} - q_{\text{cal}})^2 = \text{mínimo} \quad (3.19)$$

Por otro lado, el porcentaje de desviación promedio para cada isoterma se calculó por medio de la siguiente ecuación:

$$\%D = \left(\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{q_{\text{exp}} - q_{\text{cal}}}{q_{\text{exp}}} \right| \right) \times 100\% \quad (3.20)$$

Donde:

$\%D$ = Porcentaje de desviación promedio

N = Numero de datos experimentales

q_{exp} = Masa de plomo adsorbida determinada experimentalmente, mg/g

q_{cal} = Masa de plomo adsorbida predicho con el modelo de isoterma, mg/g

3.3.2.1 Isotermas de adsorción de plomo sobre la biomasa de jacinto de agua

Los modelos de las isotermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson se emplearon para interpretar los datos experimentales del equilibrio de adsorción de plomo en solución acuosa la biomasa Hoja, Tallo y Raíz del jacinto de agua. Los parámetros de estos modelos de isotermas se estimaron usando el método de mínimos cuadrados descrito anteriormente. Los valores de los parámetros y los porcentajes de desviación se reportan en las Tablas 6.16 y 6.17. Los datos experimentales del equilibrio de adsorción abarcan 18 casos de las condiciones experimentales de temperatura y pH. Los porcentajes de desviación de los 18 casos variaron entre 3.6 y 15.3 % para el modelo de Freundlich, 5.4 y 12.8 % para el modelo de Langmuir y entre 2.9 y 14.2 % para el modelo de Redlich-Peterson.

Se consideró que el modelo que mejor interpretó los datos experimentales fue aquel que presentó el menor porcentaje de desviación. Bajo este criterio, el modelo de Freundlich ajustó mejor 3 casos de los 18 casos, el de Langmuir 9 casos, y el de Redlich-Peterson 6 casos. Por lo anterior, se consideró que la isoterma de Langmuir interpretó mejor los datos experimentales.

En las Tablas 3.16 y 3.17 se reportan los parámetros y los porcentajes de desviación de los modelos Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson que fueron calculados utilizando los datos del equilibrio de adsorción de Pb(II) sobre la biomasa Ho, Ta y Ra del jacinto de agua. Las isotermas de adsorción de los datos experimentales del equilibrio de adsorción de plomo en solución acuosa sobre la biomasa Ho, Ta y Ra del jacinto de agua se muestran en las Figuras 3.19 a 3.21. Las líneas de las Figuras representan los modelos de isotermas que mejor ajustaron los datos experimentales.

Tabla 3.16. Parámetros de los modelos de las isotermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson para la adsorción de plomo sobre la biomasa natural de Jacinto (Ho), (Ta) y (Ra) a distintos valores de pH y T=25 °C.

Adsorbente	pH	Freundlich			Langmuir		Redlich-Peterson				
		k	n	%D	q _m	k	%D	a	b	β	%D
Hoja	3	5.36	2.10	7.17	107.93	0.008	5.40	0.14	11.50	0.21	4.66
	4	4.31	1.75	11.04	151.43	0.006	7.77	1.48	0.05	0.71	14.26
	5	31.88	3.32	3.63	120.87	0.14	8.67	55.8	1.23	0.77	2.95
Tallo	3	11.89	2.71	15.38	103.87	0.020	10.94	1.92	0.012	1.06	10.69
	4	20.56	3.03	12.57	124.89	0.038	6.80	3.27	0.003	1.38	12.57
	5	25.14	3.31	11.82	136.88	0.041	6.77	3.77	0.001	1.50	6.27
Raíz	3	3.51	1.87	9.21	110.7	0.006	7.72	0.65	0.004	1.03	7.83
	4	12.6	2.67	7.36	108.6	0.023	8.65	3.88	0.094	0.82	7.87
	5	26.0	3.82	8.08	107.3	0.066	12.86	54.3	20.61	0.74	8.12

Tabla 3.17. Parámetros de los modelos de las isotermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson para la adsorción de plomo sobre la biomasa natural de Jacinto (Ho), (Ta) y (Ra) a distintas temperaturas y pH = 5.

Adsorbente	°T	Freundlich			Langmuir		Redlich-Peterson				
		k	n	%D	q _m	k	%D	a	b	β	%D
Hoja	15	33.53	3.85	8.80	138.10	0.052	6.26	5.58	0.025	1.08	8.30
	25	31.88	3.32	6.49	120.87	0.141	8.67	55.8	1.23	0.77	2.95
	35	28.31	4.15	10.69	107.21	0.065	8.19	6.71	0.05	1.01	8.01
Tallo	15	22.26	3.40	8.95	119.80	0.036	7.57	3.85	0.021	1.06	7.72
	25	23.20	3.12	11.99	136.88	0.041	6.73	3.77	0.001	1.50	6.27
	35	29.09	4.17	7.07	110.62	0.061	5.82	6.37	0.050	1.02	5.55
Raíz	15	20.99	3.39	7.55	111.15	0.040	6.29	6.70	0.118	0.87	4.36
	25	26.00	3.82	8.08	107.36	0.066	8.66	54.4	20.65	0.74	8.12
	35	20.20	3.74	8.33	96.39	0.036	6.75	3.46	0.033	1.01	6.81

3.3.2.2 Efecto del pH de la solución sobre la capacidad de adsorción

El efecto de pH sobre la capacidad de adsorción de plomo en solución acuosa sobre Ho, Ta y Ra se investigó realizando una serie de experimentos donde se determinaron las isotermas de adsorción a pH de 3, 4 y 5 para cada uno de los adsorbentes. Cabe señalar que todos los experimentos del equilibrio de adsorción se efectuaron a $\text{pH} < 5$ donde el metal se encuentra como ion (Ver Figura 1.4 en la Sección 1.3.1), ya que de acuerdo con Lavado et al. (2010) el plomo en soluciones a $\text{pH} > 5$ (alcalinos), da paso a la formación de $\text{Pb}(\text{OH})_2$. En las Figuras 3.19 a 3.21 se muestra el efecto del pH sobre la capacidad de adsorción de Ho, Ta y Ra, respectivamente, donde se puede apreciar que la capacidad para adsorber Pb(II) en los adsorbentes, aumento considerablemente elevando el pH de la solución.

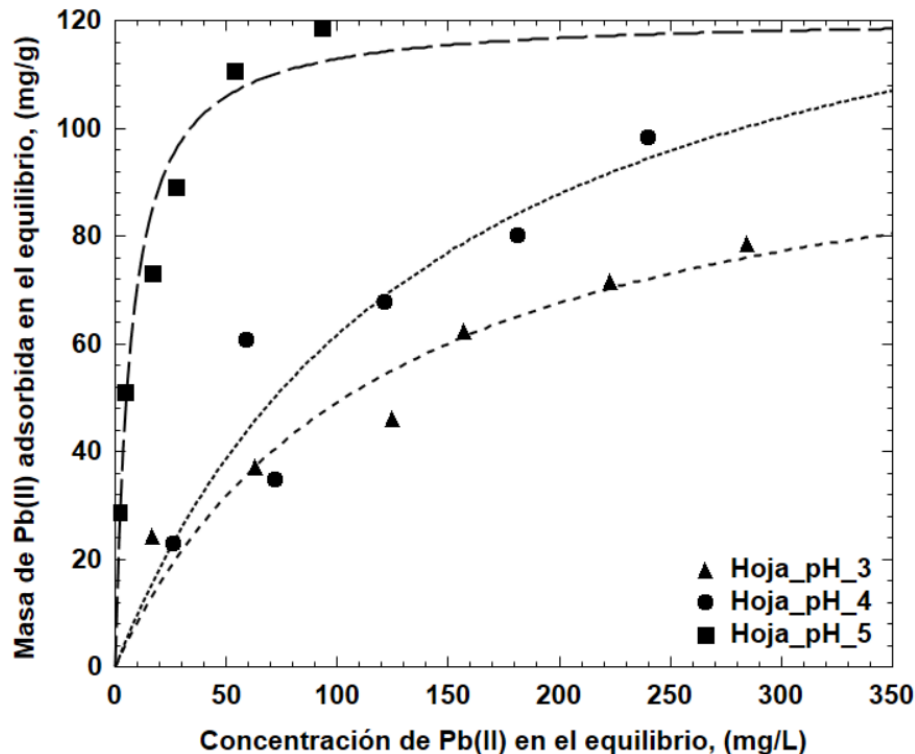


Figura 3.19. Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Hoja a distintos valores de pH y $T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$

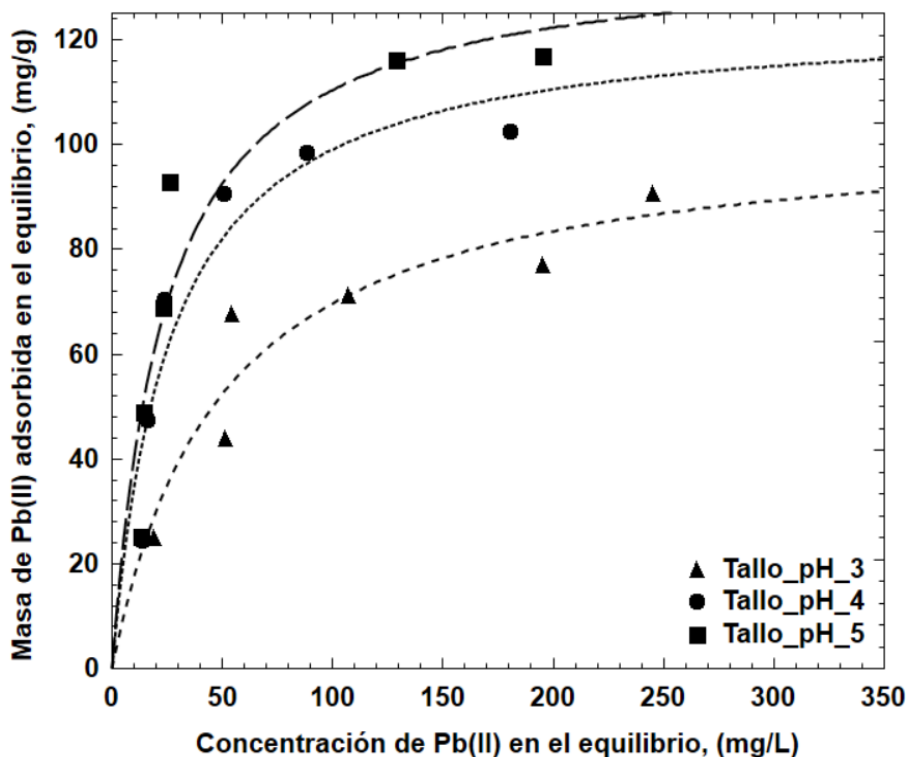


Figura 3.20. Isothermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Tallo a distintos valores de pH y T = 25 °C.

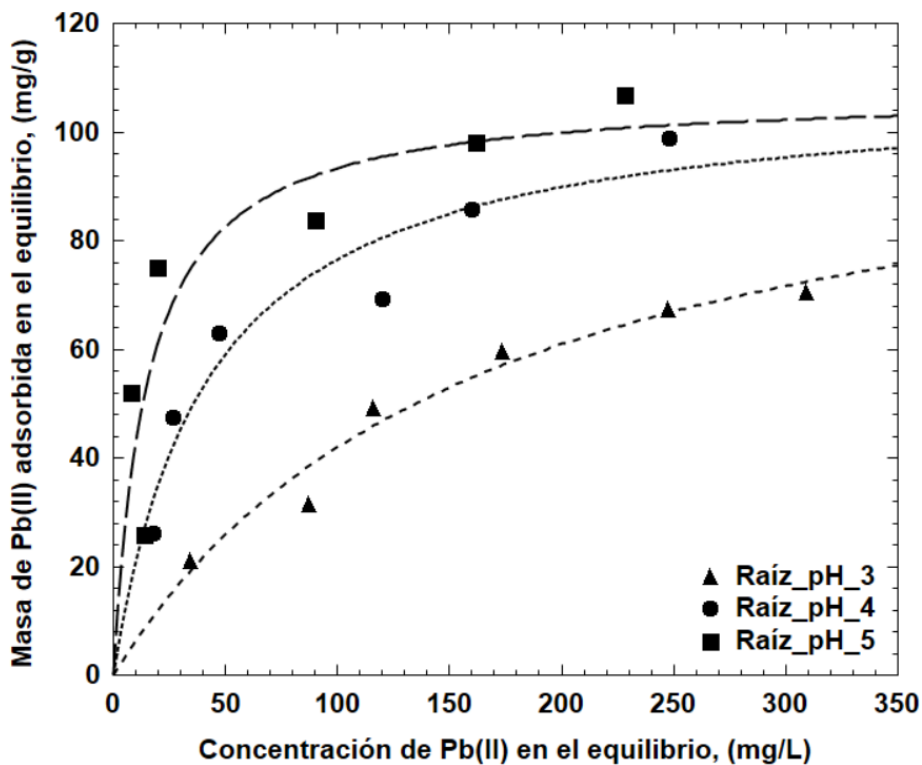


Figura 3.21. Isothermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Raíz a distintos valores de pH y T = 25 °C.

En consecuencia, el aumento de $\text{pH} > 5$ en solución ocasiona que se genere la precipitación del metal, lo cual impide que los sitios de contacto en la superficie de la biomasa se enlacen con la especie química, inhibiendo el proceso de biosorción (Vizcaíno-Mendoza et al., 2017). Las capacidades de adsorción (q_{max}) de la Ho, Ta y Ra fueron 118.84, 117.01 y 106.98 mg/g a pH de 5, respectivamente. Esto representa un aumento en la capacidad de adsorción de 1.51, 1.3 y 1.51 veces para Ho, Ta y Ra, respectivamente, cuando el pH de la solución se incrementó de 3 a 5. Tomando en cuenta las q_{max} mencionadas anteriormente, el estudio sugiere que la Ho es el mejor adsorbente para remover Pb(II) ya que este se encuentra a solo 2 mg/g por encima del Ta y a 12 mg/g de la Ra.

La carga superficial de los adsorbentes Ho, Ta y Ra (Ver Figura 3.5) fueron 6.1, 6.0 y 6.4, respectivamente, lo cual revela que es positiva a $\text{pH} < \text{PCC}$, esto podría atribuirse a que los adsorbentes y el adsorbato se encuentran cargados positivamente generando como resultado una repulsión electrostática por lo cual se puede interpretar que el Pb(II) se adsorbió por algún otro mecanismo. Por otro lado, la explicación del efecto de adsorción es que, al aumentar el pH de la solución, disminuye la carga positiva en la superficie de adsorción lo que conlleva a una disminución en la repulsión electrostática entre el catión metálico y la superficie de los adsorbentes y, por lo tanto, la adsorción se ve favorecida.

Ahora bien, otro mecanismo que se puede presentar en la adsorción de Pb(II) sobre los adsorbentes Ho, Ta y Ra es el intercambio iónico puesto que, durante la adsorción, el pH de la solución siempre disminuyó y para mantenerlo constante fue necesario añadir gotas de las soluciones 0.01 N de NaOH o HNO₃. Lo cual genera una competencia entre los iones H⁺ y Pb⁺² sobre la superficie de los adsorbentes.

3.3.2.3 Efecto de la temperatura sobre la capacidad de adsorción

De acuerdo con los experimentos realizados para elucidar el efecto de la temperatura sobre la capacidad de adsorción de Pb(II) en la biomasa Ho, Ta y Ra del jacinto de agua, se pusieron en contacto a 3 diferentes temperaturas (15°, 25°, 35°) por lo que el incremento y disminución de la temperatura no generó ninguna reacción sobre la capacidad de adsorber plomo. De acuerdo con los resultados obtenidos, la masa Pb(II) adsorbida en el equilibrio de los adsorbentes se mantuvieron en un intervalo de 90 a 130 mg/g y en casi todos los casos la concentración en equilibrio llegó a 250 y 300 mg/L. En las Figuras 3.22 a 3.24 se ilustran las isotermas del efecto de la temperatura para Ho, Ta y Ra a temperaturas de 15, 25 y 35 °C, respectivamente.

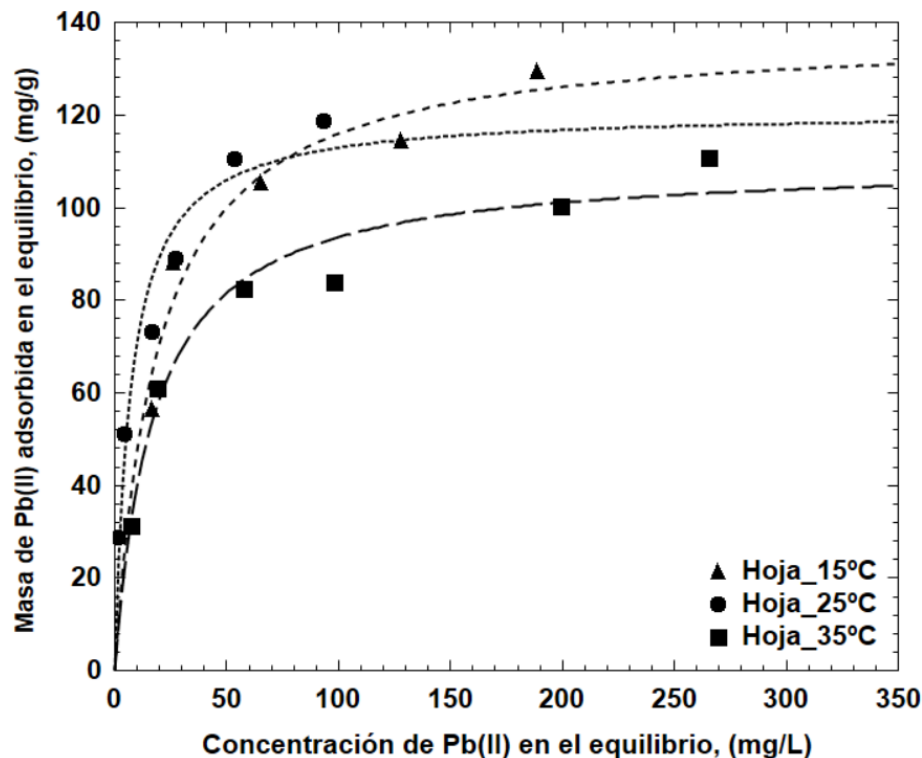


Figura 3.22. Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Hoja a distintas Temperaturas y pH = 5.

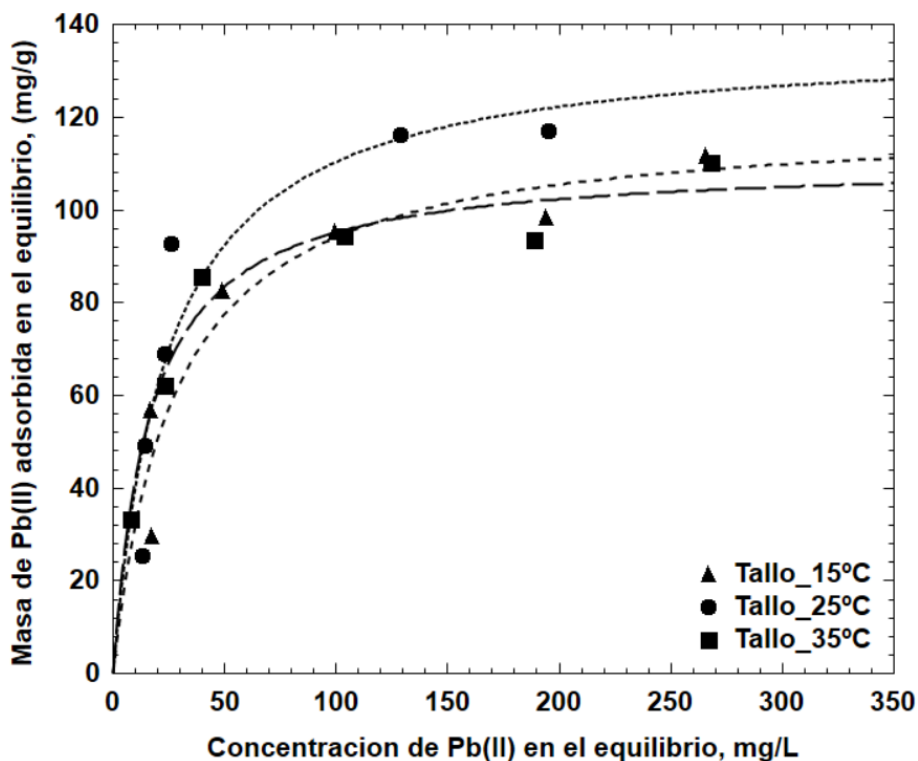


Figura 3.23. Isothermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Tallo a distintos Temperaturas y pH = 5.

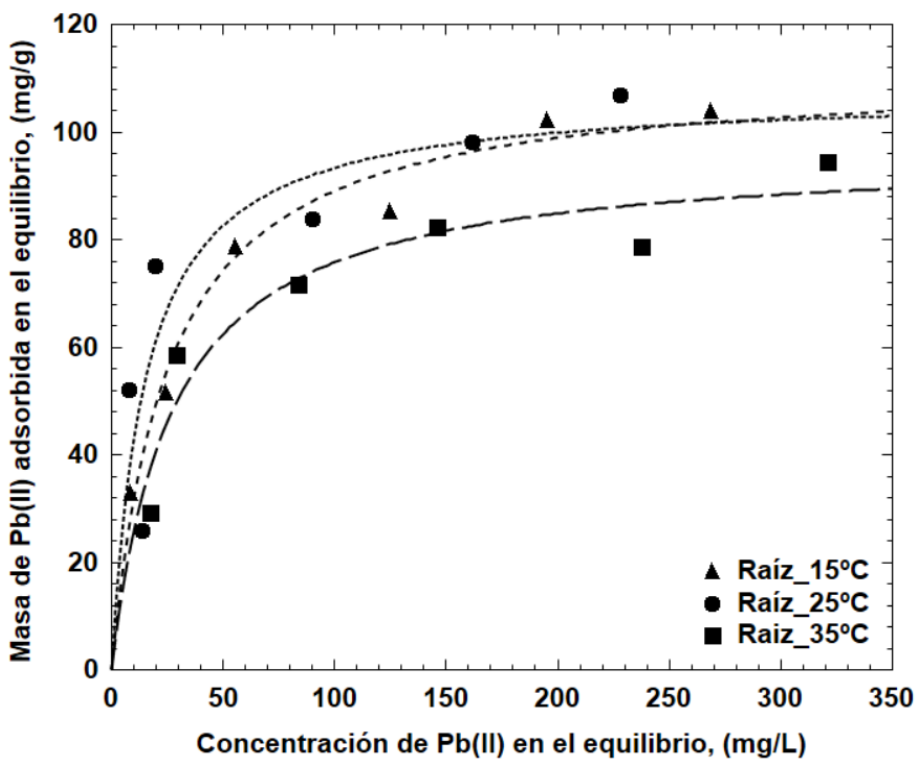


Figura 3.24. Isothermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Raíz a distintos Temperaturas y pH = 5.

3.3.3 Mecanismo de adsorción

La elucidación del mecanismo de adsorción permite conocer las interacciones que ocurren entre un ion metálico en solución acuosa y la superficie de un material biosorbente, como lo es el jacinto de agua. Esto finalmente se logra comprendiendo la forma en la que un metal como el Pb(II) interactúa con los grupos funcionales que se encuentran en la superficie del adsorbente. Teniendo en cuenta la complejidad de la composición química de *E. crassipes*, varios mecanismos (intercambio iónico, complejación, coordinación y microprecipitación) pueden ocurrir al mismo tiempo, dependiendo del tipo de medio acuoso en el que se encuentre (Sheng et al., 2004).

Los experimentos de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Ho, Ta y Ra se llevaron a cabo en un intervalo de pH de 3 a 5 y se determinó que la capacidad de adsorción incrementaba conforme el pH aumentaba. Bajo estas condiciones, se estableció que al aumentar el pH hasta 5, la carga positiva en la biomasa disminuye y los sitios cargados negativamente están disponibles para la adsorción de Pb(II). De manera que el aumento de la capacidad de adsorción con el pH se atribuyó a que la atracción electrostática entre el plomo y la superficie los adsorbentes aumentó con el pH, como resultado del incremento de la carga negativa de la superficie. La disponibilidad de cargas superficiales no es el único factor que determina el grado de adsorción de Pb(II), sino que también afecta el proceso de ionización/desprotonación de los sitios ácidos (Komy et al., 2013).

Por otra parte, las fluctuaciones del pH de la solución durante los experimentos de adsorción de Pb(II) en los adsorbentes, elucidaron que el intercambio iónico también se encuentra presente, ya que los cationes H⁺ se

trasfieren de la superficie de los adsorbentes a la solución y los iones Pb(II) de la solución hacia la superficie de los adsorbentes. No obstante, las atracciones electrostáticas y el intercambio iónico no son el único mecanismo que ocurre, ya que podría presentarse un mecanismo de adsorción conocido como π -catión el cual involucra los anillos aromáticos de los polisacáridos presentes en los adsorbentes ya que la unión de los cationes podría ser atraídos a los grupos hidroxilo de la celulosa y los grupos fenólicos, hidroxílicos y carboxílicos de la lignina que como se observa en la tabla 3.6 son los sitios ácidos que se presentan en mayor proporción sobre la superficie de los adsorbentes siguiendo el orden $Ho > Ta > Ra$.

La lignina presenta en su estructura molecular anillos aromáticos que propiciarían este tipo de mecanismos (Medellín-Castillo et al., 2017). En la Tabla 3.11 se puede observar que el adsorbente Ho exhibe una mayor proporción de lignina en comparación con el Ta y Ra por lo cual existe una mayor concentración de estructuras aromáticas que favorece en gran medida dichas interacciones, lo que indica porque a $pH = 5$ la Ho remueve más Pb(II) que los otros adsorbentes.

Finalmente, las imágenes del MEB proporcionaron información de las muestras saturadas con Pb(II) a $pH = 5$ (Figuras 3.12, 3.14 3.16), las cuales revelaron pequeñas aglomeraciones de Pb(II) que pueden atribuirse a micro precipitados sobre las muestras, estas se observaron de mayor a menor medida en el siguiente orden $Ho > Ta > Ra$. Como se mencionó anteriormente, estas condiciones podrían asociarse a la composición química de los adsorbentes.

3.4. Conclusiones

La caracterización de la biomasa del jacinto de agua reveló que sus propiedades de textura son similares a las por otros autores para el jacinto de agua. Así mismo, se demostró que la superficie del material tiene características ácidas, dado a la prevalencia de los grupos fenólicos presentes en el material, esto se vio corroborado por el punto de carga cero y espectro infrarrojo del biosorbente.

El análisis por espectroscopía infrarroja permitió obtener información sobre los grupos funcionales que presentaron durante la adsorción de Pb(II) sobre los diferentes adsorbentes. Los resultados de este estudio revelaron que durante la adsorción de los iones metálicos probablemente estén involucrados los grupos amino, amida e hidroxilo ya que la intensidad de las bandas de estos grupos disminuye en las muestras saturadas con Pb(II) con respecto a los adsorbentes naturales sin saturar. Además, el retroceso en la banda característica del grupo carbonilo en las muestras saturadas sugiere que este tipo de grupos funcionales también puede participar en la adsorción de los iones metálicos.

Los datos experimentales de las isotermas de biosorción de Pb(II) sobre la biomasa de jacinto, fueron interpretados por las isotermas de Freundlich, Langmuir y Prausnitz-Radke. La isoterma de Langmuir y Prausnitz-Radke ajustó mejor los datos experimentales ya que fue la que presentó el menor porcentaje de desviación. Además, se encontró que la capacidad para adsorber Pb (II) es afectada significativamente por el pH de la solución ya que la capacidad de adsorción aumenta, al incrementar el pH de solución. Esto es indicativo de la presencia de atracciones electrostáticas entre el ion Pb(II) y la superficie de la biomasa del jacinto.

El principal mecanismo de biosorción de Pb(II) presente en solución acuosa sobre la biomasa de jacinto de agua es la atracción electrostática, esto se demostró al encontrar que la masa removida del catión incremento conforme aumento el pH de la solución.

Los estudios de biosorción de diversos metales sobre la biomasa de jacinto de agua revelaron que pueden utilizarse para remover distintos metales pesados. Además, el material demostró obtener una mayor capacidad de adsorber Pb(II) ya que en algunos casos demostró una mayor capacidad de adsorción con respecto a los diferentes materiales encontrados en la literatura.

Finalmente, esto puede representar materiales que disponga de beneficios como alternativa de bajo costo y valor agregado al transformarlos de manera significativa, lo que conlleva a la disminución de los efectos negativos ambientales y socioeconómicos, debido a que al utilizar una especie invasora se beneficia el impacto de los cuerpos de aguas por lo que se asume una estrategia de manejo y control de esta especie invasora como lo es el jacinto de agua.

CAPITULO 4. SÍNTESIS DE MATERIALES ADSORBENTES A PARTIR DE JACINTO DE AGUA (*Eichhornia crassipes*) MEDIANTE CARBONIZACIÓN HIDROTERMAL PARA LA REMOCIÓN DE Pb(II) DEL AGUA

4.1 Introducción

Entre las diferentes fuentes de energía renovable, la biomasa y, en general, los materiales orgánicos residuales ofrecen varias ventajas (Volpe et al., 2020). La biomasa residual está ampliamente disponible en grandes cantidades a bajo costo, su conversión en un biocombustible, en energía o en material carbonáceos valioso representa una oportunidad para disminuir la cantidad de desechos con un impacto beneficioso para el medio ambiente y la salud humana (Gopu et al., 2018).

En los últimos años, la utilización de energía de la biomasa lignocelulósica ha atraído mucha atención y esfuerzos de investigación a nivel mundial, debido a que los recursos de biomasa incluyen diferentes fuentes renovables de fácil acceso como son los cultivos energéticos, residuos agrícolas, residuos forestales, biomasa acuática y las fracciones orgánicas de residuos municipales (Sahoo et al., 2019). Las materias primas lignocelulósicas de biomasa acuática como el jacinto de agua (*Eichhornia crassipes*) se han ganado un atractivo apreciable en los últimos tiempos; dado a que el objetivo principal es evitar los riesgos para el medio ambiente, cuerpos de agua y la seguridad alimentaria ya que al ser utilizadas proporciona una ayuda significativa para limitar su proliferación en los cuerpos de agua y además se considera que contribuye como parte importante de la gestión de los residuos (Sahoo et al., 2017).

Es gracias a la investigación, creación e implementación de nuevas tecnologías lo que hace posible la transformación de estos residuos a materiales

con un valor agregado, de los cuales se puede obtener beneficios no solo que ayuden a solucionar los problemas actuales que afectan al medio ambiente, si no también económicos, ya que se han encontrado diversos métodos de utilización de la biomasa que requieren de procesos menos laboriosos y costosos en comparación con otros procesos de transformación de biomasa convencionales como la incineración, gasificación y pirolisis. Uno de los métodos recientemente estudiados de conversión termoquímica es la carbonización hidrotermal, llamada (HTC) por sus siglas en inglés. Este método innovador es utilizado debido a que ofrece un camino efectivo y práctico para sintetizar materiales de carbono con medios operacionales relativamente bajos (Temperatura, Presión, Tiempo). Ahora bien, cabe señalar que el producto resultante se encuentra influenciado por la materia prima utilizada y las condiciones del proceso de síntesis, debido a esto, el sólido obtenido (hidrochar) del procedimiento de HTC presenta diferentes propiedades.

En general, los materiales de carbono tienen una gran variedad de aplicaciones entre las cuales se destaca su uso como adsorbentes, ampliamente utilizados para el tratamiento de aguas residuales debido a su fácil operación y eficiencia. Entre los contaminantes más importantes presentes en aguas residuales se encuentran los metales pesados como el Pb(II), provenientes principalmente de industrias mineras y siderúrgicas etc. así como también pueden encontrarse en la fabricación de acumuladores y otros materiales como el tetraetilplomo, forros para cables, elementos de construcción, pigmentos, soldadura suave y municiones. La presencia de metales pesados en los cuerpos de agua es un problema grave debido al daño que produce en el medio ambiente y en seres vivos ya que este a través de la ingesta es capaz de unirse a la cadena trófica y llegar hasta los humanos.

El objetivo del presente capítulo fue estudiar la biosorción de Pb(II) sobre biomasa de jacinto de modificada a través de carbonización hidrotermal (HTC) utilizando un diseño de experimentos para obtener una síntesis óptima de los materiales de carbono. Además, se analizó el efecto del pH y la temperatura sobre la capacidad de remoción; los datos experimentales obtenidos se predijeron empleando diversos modelos de isotermas de adsorción. Finalmente, se elucidó el mecanismo de remoción de Pb(II) presente en solución acuosa.

4.2 Metodología experimental

4.2.1 Recolección de las muestras

Para este estudio, las plantas de jacinto de agua utilizadas fueron previamente recolectadas de dos sitios en la presa de San José del municipio de San Luis Potosí, S.L.P., México, dicho procedimiento se encuentra descrito en la Sección 2.2.1.

4.2.2 Pretratamiento del jacinto de agua

Las plantas de jacintos se lavaron con abundante agua de grifo, hasta no ver ni un residuo, partículas de tierra y material suspendido y enseguida se lavó varias veces con agua desionizada con el fin de eliminar impurezas en la superficie de la planta. Luego se realizó una separación de las hojas, tallos y raíces con finalidad de preparar diferentes adsorbentes. Posteriormente, se colocaron en una estufa para secar las muestras a una temperatura de 80 °C por 24 horas. Las diferentes partes del jacinto hoja, tallo y raíz obtenidas se trituraron con un molino manual hasta obtener un tamaño de partícula promedio de 0.250 mm y fueron denominadas Ho,

Ta y Ra, respectivamente. Finalmente, el jacinto secó y separado se guardó en recipientes de polipropileno para su posterior uso.

4.2.3 Diseño de experimentos

La preparación de los hidrochar fue llevada a cabo estudiando las condiciones del proceso de síntesis; como la temperatura de hidrocarbonización, tiempo de residencia, relación de biomasa/agua y tipo de biomasa, de las cuales en base a una revisión bibliográfica (Sevilla et al., 2009, Xue et al., 2012, Regmi et al., 2012, Gao et al., 2013, Ronix et al., 2017, Wang et al., 2018) se estableció que los parámetros de temperatura y relación biomasa/agua fueran constantes, mientras que el tiempo de retención y tipo de biomasa fueron variables, a estos parámetros se les asignaron valores de 220 °C, 1 g de biomasa /10 mL de agua desionizada y tiempos de retención de (2, 3, 4, 5, 6 horas) y biomasa de Hoja, Tallo y Raíz, respectivamente. Para analizar el efecto de las condiciones de operación sobre las propiedades de los materiales obtenidos se empleó un diseño experimental D-optimal, el cual utiliza un conjunto deseado de experimentos para optimizar y minimizar de manera equivalente el determinante de la matriz de información del diseño. El diseño de experimentos, mostrado en la Tabla 4.1, se realizó por medio del software Design-Expert de acuerdo con la metodología D-optimal para un diseño tipo lineal con 2 factores constituido con un total de 11 materiales. Finalmente, la síntesis del hidrochar fue llevada a cabo en un reactor autoclave, a una temperatura de carbonización constante de 220 °C, variando el tiempo de residencia y el tipo de biomasa empleada (Ho, Ta, Ra), mientras que el rendimiento del hidrochar

producido (%R), la capacidad de adsorción (q) y el punto de carga cero (PCC) fueron los valores de respuesta.

Tabla 4.1. Diseño experimental del tratamiento HTC y respuestas de rendimiento, capacidad de adsorción y punto de carga cero.

STD	Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Tipo de material	Rendimiento (%R)	Punto de carga cero (PCC)	Capacidad de adsorción (q)
1	220	6.00	Tallo	33.77	5.16	69.49
2	220	6.00	Hoja	34.80	6.46	54.09
3	220	2.00	Tallo	50.91	5.02	61.74
4	220	2.00	Raíz	47.41	5.70	51.97
5	220	3.00	Hoja	44.65	6.28	52.57
6	220	5.00	Raíz	34.70	5.46	40.28
7	220	4.00	Tallo	43.02	5.40	53.58
8	220	6.00	Hoja	33.93	6.56	55.73
9	220	2.00	Raíz	55.05	5.70	55.06
10	220	6.00	Tallo	31.99	6.27	68.27
11	220	3.00	Hoja	44.10	6.09	53.49

4.2.4 Modificación del biosorbente a través de carbonización hidrotermal

El proceso de síntesis de materiales por condiciones hidrotérmicas muestra un gran potencial ya que las propiedades fisicoquímicas del material se modifican, conduciendo a la formación de estructuras carbonosas que han demostrado afinidad para la adsorción (Hu et al., 2010). La síntesis de los experimentos de carbonización hidrotermal se realizó en un reactor autoclave de acero inoxidable de 500 mL (Ver Figura 4.1), equipado con vaso de teflón en el que se cargaron 10 g de

biomasa de jacinto de agua con 100 mL de agua desionizada, de acuerdo con la relación agua-biomasa (1 g – 10 mL) establecida en el diseño experimental. El vaso de teflón se tapó y colocó dentro del autoclave de acero inoxidable. La autoclave se colocó en una mufla marca Novatech modelo DM-12, posteriormente se establecieron las condiciones de temperatura y tiempo de residencia. Una vez transcurrido el tiempo de residencia (2, 3, 4, 5, 6 horas), la autoclave se dejó enfriar a temperatura ambiente durante el tiempo necesario. Los productos sólidos (Hidrochars) y líquidos se separaron mediante un equipo de filtración. Finalmente, los productos sólidos se recogieron en un vaso de precipitado y se lavaron varias veces con acetona y etanol puro, después se realizaron varios lavados con agua desionizada y se separó de la fracción líquida a través de filtración al vacío. Por último, el hidrochar se secó en un horno a 110 °C por 24 horas. El hidrochar seco se almacenó en recipientes de plástico de 50 mL para su posterior uso.

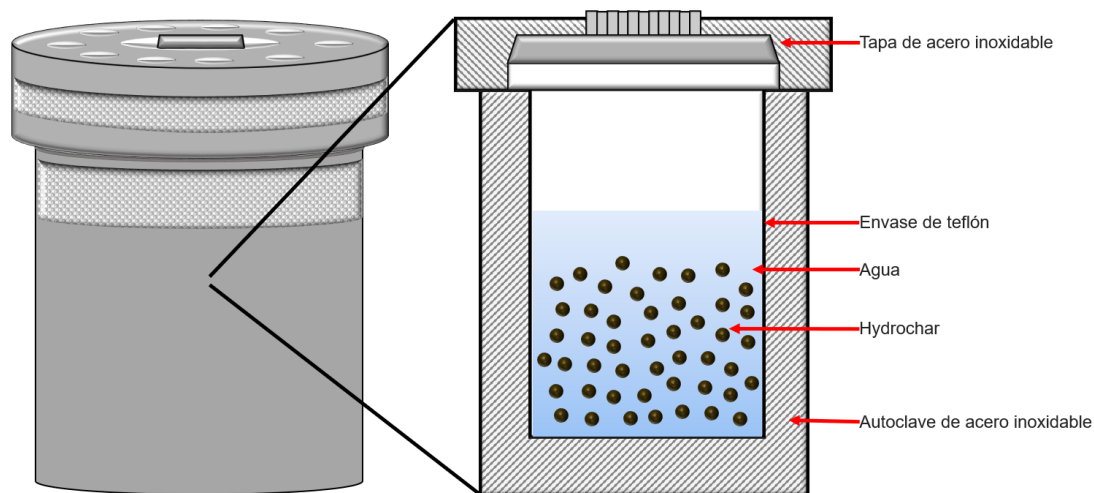


Figura 4.1 Reactor autoclave empleado para la síntesis y obtención del hidrochar de jacinto de agua.

4.2.5 Adsorbato

La solución patrón de 1000 mg/L de Pb (II) se preparó agregando 1.6 g de Nitrato de plomo de la marca CTR Scientific, a un matraz volumétrico de 1000 mL y aforando hasta la marca con agua desionizada. Se empleó agua desionizada para evitar interferencia de otros iones.

4.2.6 Porcentaje de rendimiento de la HTC de la biomasa de jacinto de agua

El porcentaje de rendimiento de los productos de la carbonización hidrotermal de las diferentes biomásas (Ho, Ta y Ra) del jacinto de agua se determinaron midiendo el peso de los materiales antes y después de la carbonización. El rendimiento (%R) para cada uno de los 11 materiales sintetizados a una sola temperatura y diferentes tiempos carbonización dentro del reactor, se calculó a partir de la relación que se muestra en la ecuación (4.1):

$$\% R = \frac{\text{Peso del hidrochar seco (g)}}{\text{Peso de la biomasa seca (g)}} \times 100 \quad (4.1)$$

4.2.7 Caracterización

4.2.7.1 Microscopia electrónica de barrido

El procedimiento para obtener las fotomicrografías de los hidrochars es similar al descrito en la Sección 3.2.5.1. La morfología de dichos materiales se obtuvo por medio de un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB), marca Jeol modelo JSM-6610L, que está equipado con un sistema de microanálisis Link/ISIS-

OXFORD de energía dispersa EDS que permite realizar un análisis cualitativo elemental de la superficie.

4.2.7.2 Análisis por fisisorción de nitrógeno

Los datos experimentales del equilibrio de adsorción de N₂ se obtuvieron siguiendo el mismo procedimiento descrito en la Sección 3.2.5.2. Las propiedades de textura (área específica, volumen de los poros y diámetro promedio de los poros) se determinaron por medio de un equipo de fisisorción, marca *Micromeritics*, modelo *ASAP 2020*.

4.2.7.3 Análisis por espectroscopia al infrarrojo (IR)

Los grupos funcionales presentes en los hidrochars se identificaron por espectroscopía al infrarrojo según el procedimiento descrito en la Sección 3.2.5.3. Los espectros de infrarrojo (IR) del jacinto se obtuvieron utilizando un espectrofotómetro de infrarrojo marca Thermo Scientific, modelo iS10 equipado con reflectancia total atenuada ATR.

4.2.7.4 Determinación de la concentración de sitios activos

La determinación de la concentración de los sitios activos para las muestras de hidrochars se realizó por un procedimiento similar al explicado en la Sección 3.2.5.4. Las titulaciones se realizaron utilizando un titulador automático marca Mettler Toledo modelo *EasyPlus Titration*.

4.2.7.5 Análisis termogravimétrico

El procedimiento para realizar las mediciones termogravimétricas y mediciones térmicas diferenciales es similar al descrito en la Sección 3.2.5.5. El análisis se realizó con un Analizador Termogravimétrico (TGA), marca Setaram, modelo Setsys Evolution TGA-DTA/DSC.

4.2.7.6 Distribución de carga superficial y punto de carga cero (PCC)

El procedimiento para conocer la distribución de la carga superficial y punto de carga cero de las adsorbentes hidrochars, es el mismo al descrito en la Sección 3.2.5.6.

4.2.7.7 Análisis elemental

La composición elemental, es decir, el porcentaje en peso de carbono (C), hidrógeno (H), nitrógeno (N) y azufre (S), se determinó utilizando un analizador elemental CHNS-O de la marca Thermo Scientific, modelo FlashSmart. El contenido de oxígeno (O) se calculó por separado como la diferencia del 100 %, es decir, $O\% = 100\% - (C\% + H\% + N\% + S\%)$.

4.2.8 Método para determinar la concentración de Pb(II) en solución acuosa

La concentración de Pb(II) en solución acuosa se determinó por espectrofotometría de absorción atómica. La determinación cuantitativa de los metales pesados en solución acuosa se efectuó mediante una curva de calibración. Esta curva se preparó midiendo las absorbancias de soluciones estándares en un espectrofotómetro de absorción atómica de doble haz, marca Varían, modelo

Spectra AA-20. Las concentraciones de las soluciones estándares variaron en un intervalo de 1 a 700 mg/L. Los estándares se prepararon al mismo pH de las muestras y a partir de una solución patrón de 1000 mg/L del metal y como blanco se utilizó el agua desionizada con el que se aforó y mantuvo el pH de las muestras.

4.2.9 Método para la obtención de datos experimentales de las isotermas de adsorción de Pb(II)

Los datos experimentales del equilibrio de biosorción se obtuvieron en un adsorbedor de lote, el cual se describe en la Sección 3.2.4. Los datos experimentales del equilibrio de biosorción a diferentes valores de pH y temperaturas, se obtuvieron para una masa de hidrochar de 0.1 g en 40 mL de una solución de concentración inicial de Pb(II) conocida según la metodología descrita en la Sección 3.2.8. La masa del metal pesado removida por adsorbente se calculó por medio de la Ecuación 3.11.

4.3 Discusión de resultados

4.3.1 Diseño experimental y valores de respuesta

Los porcentajes del rendimiento (%R), de los materiales sintetizados mediante carbonización hidrotermal se obtuvieron variando las condiciones de Tiempo (h) y Tipo de Material (Ho, Ta y Ra) en el diseño experimental. En la Tabla 4.2 se reportan los pesos iniciales, finales y el rendimiento de los 11 hidrochars obtenidos; Además, es posible percibir que los valores de %R de los hidrochars son afectados por los parámetros investigados, ya que se observó un mayor rendimiento para los tiempos de síntesis cortos (2 y 3 h) y por el contrario un menor rendimiento para tiempos de síntesis largos (5 y 6 h).

Tabla 4.2. Diseño experimental de la HTC y respuesta de rendimiento

STD	Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Tipo de material	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Rendimiento (%R)
1	220	6.00	Tallo	8.1326	2.7464	33.77
2	220	6.00	Hoja	8.2702	2.8788	34.80
3	220	2.00	Tallo	8.4365	4.2951	50.91
4	220	2.00	Raíz	8.5360	4.0470	47.41
5	220	3.00	Hoja	8.2590	3.6882	44.65
6	220	5.00	Raíz	8.2564	2.8655	34.70
7	220	4.00	Tallo	8.2089	3.5318	43.02
8	220	6.00	Hoja	8.3092	2.8199	33.93
9	220	2.00	Raíz	8.9835	4.9455	55.05
10	220	6.00	Tallo	8.2089	2.6265	31.99
11	220	3.00	Hoja	8.2977	3.6600	44.10

El análisis de varianza (ANOVA) se realizó para evaluar si los factores son significativos y comprobar el buen ajuste del modelo. El análisis estadístico de los factores se realizó a través de la prueba de hipótesis (valor p) y la prueba F (distribución F de Fisher, cociente de un efecto observado respecto de un error aleatorio). Considerando un intervalo de confianza del 95%, los factores o interacciones que exhiben $p \leq 0.05$ son significativos y la hipótesis nula puede rechazarse. Los resultados obtenidos en el análisis de varianza se presentan en la Tabla 4.3.

A partir de la Tabla 4.3, se puede asumir que la variación de tipo de biomasa no influye en los %R de las condiciones experimentales probadas, lo que sugiere una homogenización del hidrochar estable y un modelo aceptable. Los rendimientos de los hidrochars variaron en un rango de 31.99 a 55.05 %. Diversos autores (Zhang et al., 2020a; Román et al., 2020; Zhang et al., 2020b) hacen alusión a que una de las condiciones más significativas para la síntesis de hidrochars es la temperatura, sin embargo, para este estudio se consideró que este parámetro fuese constante y no variable como se menciona en la Sección 4.2.3, por lo que la influencia de la temperatura sobre el rendimiento no fue tan significativa como la del tiempo de residencia.

Al mismo tiempo, el punto de carga cero (PCC) de los 11 materiales obtenidos través del diseño de experimentos se evaluó como variable de respuesta, el análisis de varianza mostro que el PCC de los hidrochars obtenidos no es afectado significativamente por ninguna de las variables estudiadas, esto se puede corroborar en análisis de varianza ANOVA de la Tabla 4.3.

Por otro lado, es importante aclarar que debido a que este estudio está enfocado a la evaluación de los adsorbentes sintetizados (hidrochars), solo se emplearon para las pruebas de equilibrio de adsorción aquellos que exhibieron una mayor capacidad de adsorción (q) de Pb(II) sobre los hidrochars de Ho, Ta y Ra, a partir de la optimización de la ecuación del modelo de regresión cuadrático, puesto que el tiempo no resultó ser significativo; pero con fines de uso para la remoción se encontró que los tiempos de 2, 6 y 2 h presentaron una q mayor para los hidrochars Ho, Ta y Ra, respectivamente.

El modelo de regresión cuadrático ajustado a la respuesta (capacidad de adsorción) en términos de factores reales se describen mediante las ecuaciones 4.2 a 4.4:

$$\text{Hoja } q = 103.96 - 25.77 * \text{Tiempo} + 2.93 * \text{Tiempo}^2 \quad (4.2)$$

$$\text{Tallo } q = 93.385 - 21.68 * \text{Tiempo} + 2.93 * \text{Tiempo}^2 \quad (4.3)$$

$$\text{Raíz } q = 91.685 - 24.94 * \text{Tiempo} + 2.93 * \text{Tiempo}^2 \quad (4.4)$$

De acuerdo con los datos de la Tabla 4.3, los factores significativos fueron el modelo y el tipo de material, los cuales mostraron valores de $p < 0.05$, por lo tanto, se puede determinar que las variables que realmente tienen efecto sobre la capacidad de remoción (q) son el modelo y el tipo de material utilizado, debido a que muestran un valor p de 0.0007 y 0.0004, respectivamente, por lo que podemos afirmar que el modelo describe significativamente la variación de la respuesta experimental. Por otro lado, el valor p de 0.5360 del tiempo, implica que no es significativa en relación con las demás variables.

Tabla 4.3. Análisis de varianza para el modelo cuadrático del R%, PCC y q

	Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	Valor F	Valor p Prob > F
Rendimiento (%R)	Modelo	592.72	6	98.79	12.63	0.0141
	A-Tiempo	493.01	1	493.01	63.03	0.0014
	B-Tipo de Material	1.13	2	0.56	0.072	0.9316
Punto de Carga cero (PCC)	Modelo	2.21	6	0.37	2.31	0.2186
	A-Tiempo	0.22	1	0.22	1.38	0.3060
	B-Tipo de Material	1.66	2	0.83	5.21	0.0770
Capacidad de adsorción (q)	Modelo	649.99	6	108.33	59.60	0.0007
	A-Tiempo	0.83	1	0.83	0.46	0.5360
	B-Tipo de Material	336.16	2	168.08	92.47	0.0004

4.3.2 Propiedades fisicoquímicas y de textura de los hidrochars

4.3.2.1 Fisisorción de nitrógeno a 77 K

La determinación de las propiedades de textura tales como área específica, diámetros promedio, volumen de poro y distribución de los poros sobre la superficie de los hidrochars preparados a partir de Ho, Ta y Ra de jacinto de agua se resumen en la Tabla 4.4.

Los valores del área específica que presentan los hidrochars de Ho, Ta y Ra se encuentran en un intervalo de 7.17 a 17.53 m²/g. y el diámetro promedio de los poros fluctúa entre 22 a 31.4 nm. En la literatura, se han reportado valores similares de área específica en biomateriales de HTC hechos a base de jacinto de agua (Yao et al., 2018; Saning et al., 2019; Roman et al., 2020; Zhang et al., 2020). De acuerdo con la clasificación de la IUPAC los hidrochars de Ho, Ta y Ra son materiales mesoporosos ya que su diámetro promedio es de 22, 31.4 y 22.4 nm, respectivamente.

Tabla 4.4. Propiedades de textura de los hidrochars de Ho, Ta y Ra

Adsorbente	Área específica (m ² /g)	Diámetro promedio de los poros (nm)	Volumen de los poros (cm ³ /g)	Distribución de los poros presentes en el material (%)		
				Micro	Meso	Macro
Hidrochar Hoja	7.17	22.0	0.03622	1.15	51.60	47.25
Hidrochar Tallo	14.47	31.4	0.05326	0.00	39.15	60.85
Hidrochar Raíz	17.53	22.4	0.09102	0.35	61.34	37.70

En la Figura 4.2 se muestran las isotermas de adsorción de N₂ sobre los adsorbentes hidrochars de Ho, Ta y Ra a 77 K, que presentan un comportamiento del tipo III característico de materiales mesoporosos, con presencia de macroporos y una morfología en forma de rendijas. Estas exhiben un estrecho lazo de histéresis sin la formación de una meseta después del lazo, y este lazo de histéresis corresponde al tipo H3.

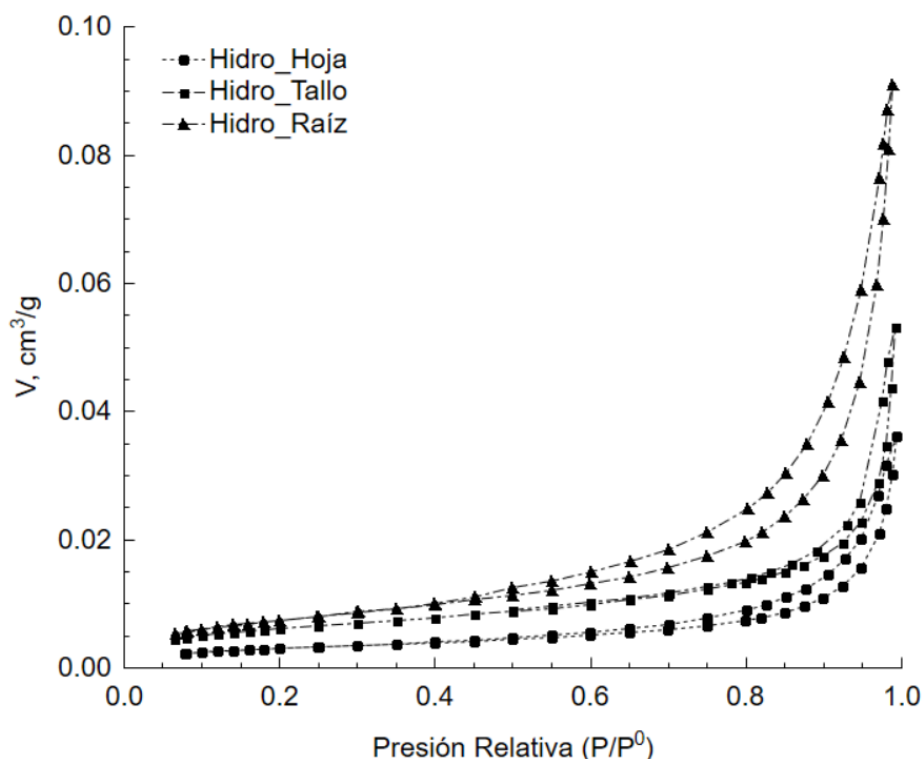


Figura 4.2. Isotermas de adsorción – desorción sobre hidrochars de Ho, Ta, Ra

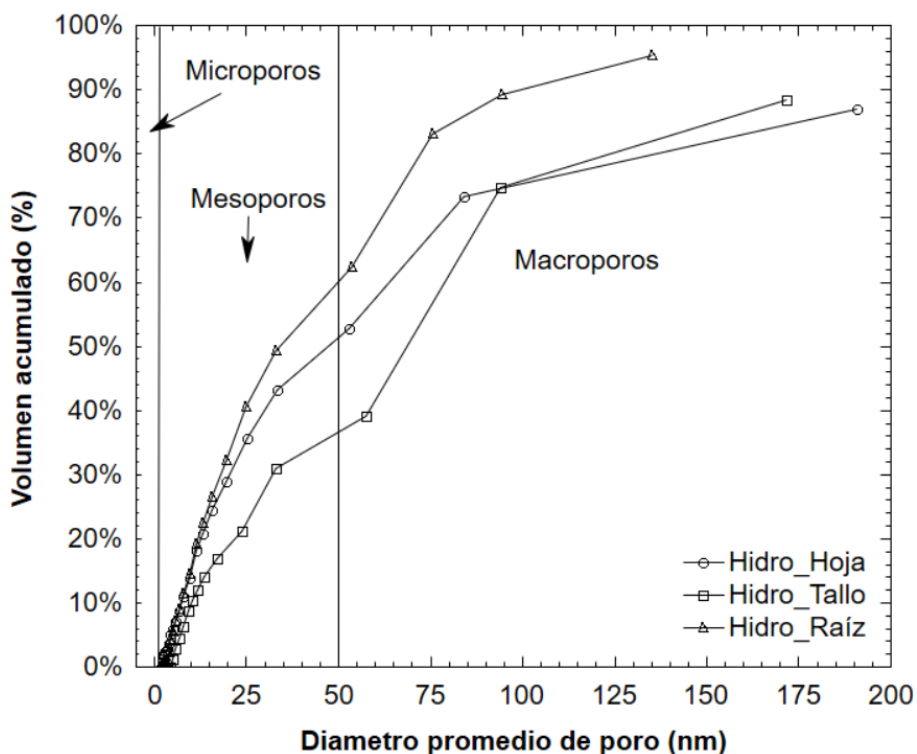


Figura 4.3. Distribución de volumen total acumulado de poros

La distribución del tamaño de los poros para los hidrochars de Ho, Ta y Ra se presenta en la Figura 4.3, y los resultados se encuentran en la Tabla 4.4. Estos se calcularon a partir de los datos estimados a través del método BJH. Por otra parte, a partir de la distribución de tamaño de poro, se corroboran que los hidrochars de Ho, Ta y Ra son materiales meso-macroporosos ya que estos poros se encuentran sobre la superficie de manera dominante.

4.3.2.2 Concentración de sitios activos

Los sitios activos de los materiales adsorbentes fueron neutralizados y seguidamente titulados para calcular su concentración (Ver sección 3.2.5.4). A continuación, se ejemplifica el cálculo de los sitios activos para hidrochar Ho. Utilizando los datos siguientes:

$$m = 0.1018 \text{ g} \quad V_{in} = 45 \text{ mL} \quad V_m = 20 \text{ mL}$$

$$C_{in} = 0.01 \text{ N} \quad C_T = 0.01 \text{ N} \quad V_T = 14.9 \text{ mL}$$

Previamente, se calcula la concentración final de la solución neutralizante sustituyendo los datos anteriores en la ecuación (3.4).

$$C_{fn} = \frac{(14.984 \text{ mL})(0.01 \text{ N})}{20 \text{ mL}} = 0.0074 \text{ eq/L}$$

Una vez calculada la concentración final de la solución neutralizante, se evaluó la concentración de sitios ácidos totales empleado la ecuación (3.3).

$$C_{sa} = \frac{(0.045 \text{ L})(0.01 \text{ N} - 0.0074 \text{ N})(1000)}{0.1018 \text{ g}} = 1.109 \text{ meq/g}$$

Este valor se encuentra en la Tabla 4.5. Los datos experimentales necesarios y las concentraciones de sitios activos de los adsorbentes hidrochars Ho, Ta y Ra se localizan en las Tablas 4.5 a 4.8.

Tabla 4.5. Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos totales presentes en los hidrochars Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de NaOH = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de HCl = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL.

Adsorbente	Masa (g)	Volumen gastado (mL)	Concentración final de NaOH (eq/L)	Concentración de sitios ácidos (meq/g)
Hidro Ho	0.1018	14.984	0.0074	1.109
Hidro Ta	0.1028	15.162	0.0075	1.059
Hidro Ra	0.1037	14.183	0.0070	1.262

Tabla 4.6. Datos experimentales para la determinación de sitios básicos totales presentes en los hidrochars Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de HCl = 0.01 N, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de NaOH = 0.01 N y Volumen de la alícuota = 20 mL.

Adsorbente	Masa (g)	Volumen gastado (mL)	Concentración final de HCl (eq/L)	Concentración de sitios básicos (meq/g)
Hidro Ho	0.1045	17.130	0.0085	0.618
Hidro Ta	0.1037	18.610	0.0093	0.302
Hidro Ra	0.1047	18.964	0.0094	0.223

Tabla 4.7. Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos carboxílicos y lactónicos presentes en los hidrochars Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de $\text{Na}_2\text{CO}_3 = 0.01 \text{ N}$, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de $\text{HCl} = 0.01 \text{ N}$ y Volumen de la alícuota = 20 mL.

Adsorbente	Masa (g)	Volumen gastado (mL)	Concentración final de Na_2CO_3 (eq/L)	Concentración de sitios carboxílicos y lactónicos (meq/g)
Hidro Ho	0.1045	16.800	0.0084	0.689
Hidro Ta	0.1025	18.055	0.0090	0.427
Hidro Ra	0.1036	18.206	0.0091	0.390

Tabla 4.8. Datos experimentales para la determinación de sitios ácidos carboxílicos presentes en los hidrochars Ho, Ta y Ra. Concentración inicial de solución neutralizante de $\text{NaHCO}_3 = 0.01 \text{ N}$, Volumen inicial = 45 mL, Concentración de solución titulante de $\text{HCl} = 0.01 \text{ N}$ y Volumen de la alícuota = 20 mL.

Adsorbente	Masa (g)	Volumen gastado (mL)	Concentración final de NaHCO_3 (eq/L)	Concentración de sitios carboxílicos (meq/g)
Hidro Ho	0.1014	19.249	0.0096	0.167
Hidro Ta	0.1024	19.834	0.0099	0.036
Hidro Ra	0.1052	19.801	0.0099	0.043

Las concentraciones de los sitios lactónicos y fenólicos se calcularon en base a las expresiones 3.13, 3.14 y 3.15 expuestas anteriormente (Ver sección 3.3.1.2). Las concentraciones de los sitios ácidos totales, carboxílicos, lactónicos, fenólicos, básicos totales y el punto de carga cero (PCC) de los hidrochars Ho, Ta y Ra se enlistan en la Tabla 4.9.

Como se puede observar, la concentración de sitios ácidos totales de los materiales se encuentra en un intervalo de 1.059 a 1.262 meq/g, y decrecen en el orden siguiente: Ra > Ho > Ta. Los materiales presentan mayor concentración de sitios ácidos que de sitios básico, revelando que la superficie de estos adsorbentes es de carácter ácido. De igual forma, se puede interpretar que los sitios ácidos en Ho, Ta y Ra es 1.8, 3.5 y 5.7 veces mayor que la de los sitios básicos, respectivamente. Lo que sugiere que la modificación de los adsorbentes a través del proceso hidrotermal (hidrolisis), afecto los grupos oxigenados superficiales ya que se forman moléculas de iones hidroxilo (-OH) e hidronios (H₃O⁺) que despolimerizan las moléculas de la celulosa (Khan et al., 2019). Por lo que los sitios carboxílicos se encuentran presentes en cantidades casi nulas, y que la mayor parte de los sitios ácidos son fenólicos.

Tabla 4.9. Concentración de sitios activos y PCC de los hidrochars Ho, Ta y Ra.

Adsorbente	Sitios Lactónicos (meq/g)	Sitios Carboxílicos (meq/g)	Sitios Fenólicos (meq/g)	Sitios Ácidos Totales (meq/g)	Sitios Básicos Totales (meq/g)	PCC
Hidro Ho	0.522	0.167	0.420	1.109	0.618	6.2
Hidro Ta	0.391	0.036	0.632	1.059	0.302	6.2
Hidro Ra	0.347	0.043	0.872	1.262	0.223	5.2

4.3.2.3. Determinación de la carga superficial y punto de carga cero

La Figura 4.4 muestra la distribución de carga superficial de los hidrochars Hoja, Tallo y Raíz en el intervalo de pH de 2 a 10. Como se puede observar en la Figura 4.4, el punto de carga cero está aproximado a $\text{pH} = 6.2$, 6.2 y 5.2 para los Hidrochars de Hoja, Tallo y Raíz, respectivamente. El PCC es el pH al cual la carga neta del material es neutra, es decir, donde las concentraciones de H^+ y OH^- en la superficie son iguales. De tal modo que, cuando el pH de la solución se encuentra por debajo de PCC, el material se encuentra cargado positivamente; opuesto a esto, si el pH de la solución se encuentra por encima del PCC, el material se encontrará cargado negativamente.

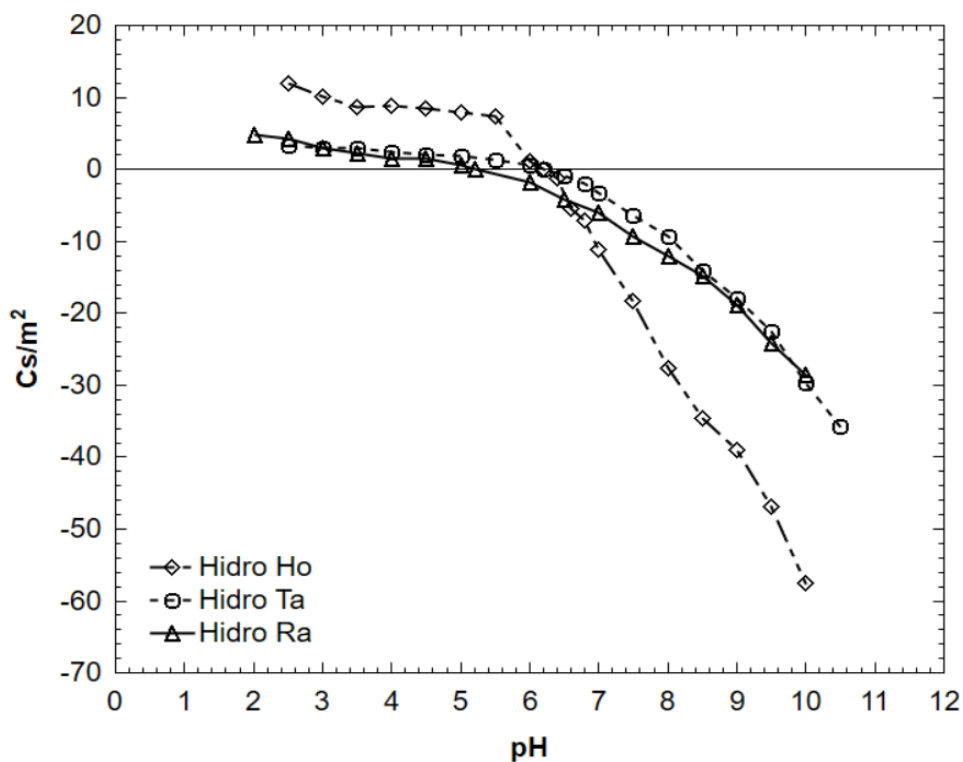


Figura 4.4. Distribución de carga superficial de los hidrochars Ho, Ta y Ra

De acuerdo con lo anterior, los hidrochars de Ho, Ta y Ra presentaron en el intervalo estudiado de pH de 2 a 6, una carga superficial positiva; por el contrario, en el intervalo de pH de 6 a 10 presentaron una carga superficial negativa. Además, se puede observar que la carga superficial se hizo más negativa con el aumento del pH de la solución. Estos resultados demuestran que la variación de la distribución con respecto al PCC de los materiales de $\text{pH} \geq 6$ se atribuye a la atracción electrostática entre el Pb^{2+} y la superficie cargada negativamente de los hidrochars Ho, Ta y Ra; lo cual explica uno de los mecanismos de adsorción para este estudio.

Por otra parte, el hidrochar Ra se encuentra a un PCC de 5.2, y es afectado debido a que exhibe una mayor concentración de sitios ácidos totales, y sitios básicos casi nulos. Además, es el material que según las propiedades de textura muestra una mayor área específica y un mayor porcentaje de distribución de mesoporos sobre su superficie (Ver Tabla 4.4 y 4.9).

4.3.2.4. Espectroscopia de infrarrojo (FT-IR)

La espectroscopia en el infrarrojo es una gran herramienta para observar el cambio de desplazamiento de la composición química; así como a identificar los grupos funcionales que indican cambios y pérdida de moléculas. Los espectros en el infrarrojo de los hidrochars Ho, Ta y Ra y saturados de Pb(II) se muestran en la Figura 4.5, estos se obtuvieron en el intervalo de la región espectral de $4000 - 600 \text{ cm}^{-1}$. En la Figura 4.5 se muestra la comparación de espectros de los diferentes hidrochars a base de jacinto de agua antes y después de llevarse a cabo las pruebas de equilibrio de adsorción. En la Tabla 4.10 se enlistan los valores de longitud de onda y los grupos funcionales característicos para cada material.

Tabla 4.10. Frecuencias características de la longitud de onda de los espectros IR-ATR de los hidrochars de jacinto de agua (Hoja, Tallo, Raíz) y saturados

Material	O-H (3600-2400 cm ⁻¹)	C-H (3000-2700 cm ⁻¹)	C=O (1750-1600 cm ⁻¹)	C=C (1500-1300 cm ⁻¹)	C-O (1200-1000 cm ⁻¹)
Hidro Hoja	3333	2924	1612	1314	1030
Hidro Tallo	3335	2927	1605	1314	ND
Hidro Raíz	3337	2922	1612	1314	1031
Hidro Ho_Pb(II)	3335	2921	1597	1312	1030
Hidro Ta_Pb(II)	3370	2927	1595	1312	ND
Hidro Ra_Pb(II)	3336	2909	1591	1312	1031

Los espectros en el FTIR de los materiales hidrochars Hoja, Tallo y Raíz antes y después del equilibrio de adsorción se grafican en la Figura 4.5, se puede observar que exhiben una amplia banda de absorción de los grupos O-H en la región de 3600 a 2800 cm⁻¹. En el estudio de Gao et al., (2016a) los investigadores mencionan que el pico que aparece de 3300 a 3400 cm⁻¹ se atribuye a la vibración de estiramiento O-H en los grupos hidroxilo y carboxilo presentes en la superficie de los materiales lignocelulósicos.

La amplitud de esta banda se atribuye a los enlaces de hidrógeno presentes en el material. Como se muestra en la Figura 4.5, este pico se volvió más intenso en comparación con el biosorbente natural (Ver Figura 3.8), lo que probablemente se debió a la reacción de deshidratación durante el hidrocarbonizado. La banda de absorción presentes en el intervalo de 3000-2700 cm⁻¹ se asociaron con la vibración de estiramiento de los enlaces C-H en estructuras alifáticas y aromáticas (Gao et al., 2013). De acuerdo con el estudio realizado por He et al., (2013) mencionan que los picos de transmitancia presentes en el intervalo de 1750 a 1600 cm⁻¹, son

correspondientes al estiramiento de los enlaces C=O en cetonas, amidas y grupos carboxílicos presentes. Estos picos disminuyeron significativamente, lo que demuestra la aparición de la reacción de descarboxilación.

Las bandas de transmitancia a 1314 y 1158 cm^{-1} se atribuyen a la vibración de estiramiento de los enlaces (C=C) alquenos presentes en grupos aromáticos y al estiramiento del enlace carbonilo (C=O) presentes en los grupos (-O-CH₃) metoxilo de la lignina. Ambos picos se observaron en los tres hidrochars, en comparación con el material natural (Ver Sección 3.3.1.6) la intensidad de estos picos incremento con la síntesis, lo que sugiere que la lignina se descompuso parcialmente durante la carbonización hidrotermal, dando paso a una mayor concentración de grupos oxigenados sobre la superficie del material (P. Gao et al., 2016b). La banda de absorbancia a 1030 cm^{-1} se atribuye a la vibración de estiramiento de los enlaces éteres alifáticos (C-O) y carboxilos alcohólicos (C-O) presentes en la composición natural de los lignocelulósicos (George et al., 2012).

En comparación, la influencia de tiempo de residencia en el rango de 2 a 6 h sobre la formación de los grupos funcionales de los hidrochars fue circunstancial (Ver Figura 4.5), con acepción del hidrochar de Tallo que durante la HTC a un tiempo de 6 h sufrió una descomposición total de los componentes lignocelulósicos, debido a que no hubo una formación de la banda de transmitancia a 1030 cm^{-1} , lo que sugiere que la formación de compuestos extraíbles ricos en oxígeno y la hidrolisis de la hemicelulosa se completan en las primeras horas de reacción hidrotermal (Pavlovič et al., 2013; Sabio et al., 2016). Por otra parte, como se puede observar en la Figura 4.5 se exhibe una banda de transmitancia alrededor de los 770 – 790 cm^{-1} la cual se atribuye a la probable flexión fuera del plano de enlace C–H

aromático (Mursito et al., 2010; Kang et al., 2012), lo que indica parcialmente que las estructuras aromáticas se formaron favorablemente durante el HTC.

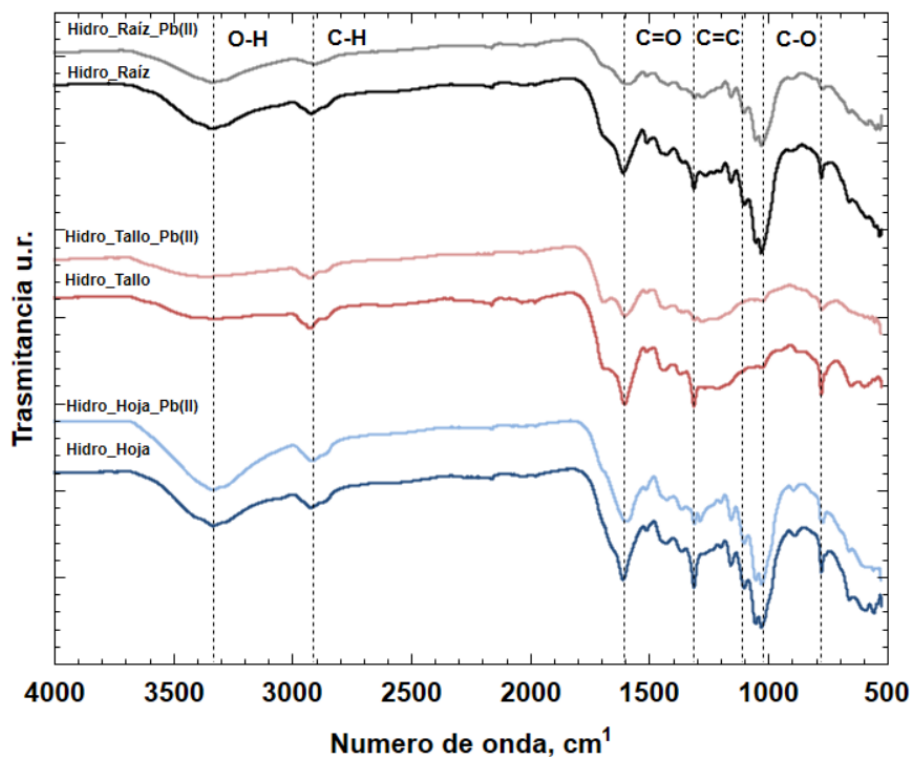


Figura 4.5. Comparación de los Espectro infrarrojo de los hidrochars del jacinto de agua antes y después de la adsorción de Pb(II)

Finalmente, como se puede observar en la Tabla 4.10 los espectros FT-IR de hidrochars del jacinto indicaron ligeros cambios en las frecuencias máximas de absorción después de haber estado en contacto con la solución de Pb(II) debido a que la unión de los iones metálicos causa una reducción y desplazamiento en las frecuencias de absorción. Estos cambios en la transmitancia implican que hubo procesos de unión de metales en los sitios activos del material (quimisorción) y además que estos grupos juegan un papel importante en la eliminación de iones cargados positivamente de la solución.

4.3.2.5. Análisis termogravimétrico

En las Figuras 4.6 y 4.7 se muestran los gráficos de TG, DTG y DSC de hidrochars de jacinto de agua a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. Basado en la Figura, se reconoció claramente que, durante las pruebas termogravimétricas los materiales se dividieron en varias etapas

Las etapas de combustión de las muestras de los hidrochars se determinaron utilizando TGA y los resultados se presentan en la Figuras 4.6 y 4.7, lo que indica que el proceso de combustión completo para hidrochars podría dividirse en tres etapas principales. En el proceso de precalentamiento, la pérdida de peso por evaporación del agua ocurrió a 30–150 °C para todas las muestras. La pérdida de peso en la primera etapa se asoció principalmente con la reacción de deshidratación, ocurriendo a menos de 150 °C.

La primera etapa de combustión ocurrió entre 200 y 400 °C y generalmente está asociada con la descomposición de material volátil que conduce a la formación de carbón. La segunda etapa de combustión, que se produce entre 400 y 550 °C, este se atribuyó a la oxidación del material sólido carbonoso, donde durante el proceso los remanentes se oxidaron junto con cualquier residuo sólido. que tiene lugar en la etapa de combustión. La tercera etapa comenzó a 550–600 °C, lo que llevó al quemado completo del material sólido.

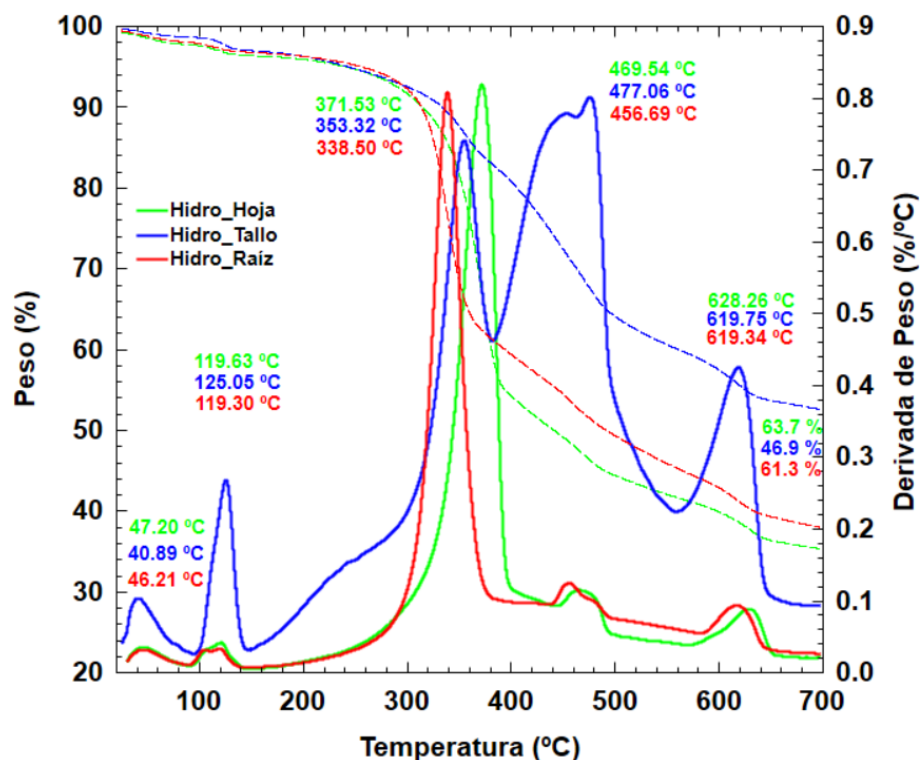


Figura 4.6. Análisis termogravimétrico del hidrochar de jacinto de agua (Ho,Ta,Ra)

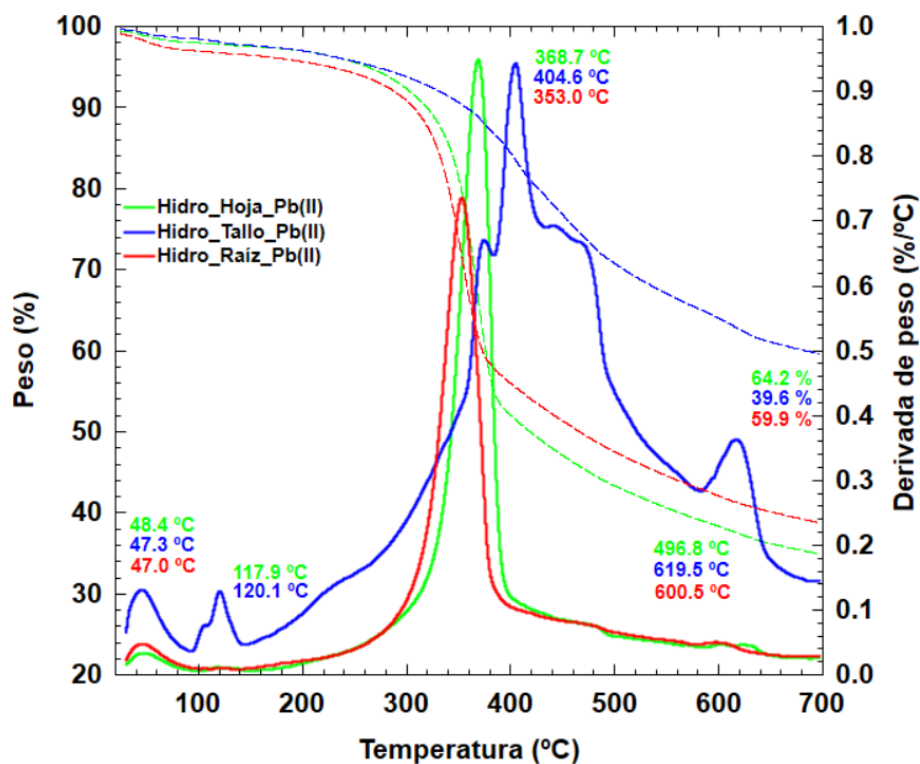


Figura 4.7. Análisis termogravimétrico de los hidrochars de jacinto de agua (Ho,Ta,Ra) después de la adsorción de plomo

4.3.2.6. Análisis elemental

El análisis elemental se utilizó para identificar las proporciones de elementos de carbono (C), hidrógeno (H), nitrógeno (N), azufre (S) y oxígeno (O) que conforman a la biomasa del jacinto de agua y los hidrochar. Como se puede observar en la Tabla 4.11 el contenido de carbono para la biomasa de jacinto de agua en general disminuye entre 38 y 40 % después del tratamiento hidrotermal a estándares antes mencionados (relación biomasa agua 10g/100mL, temperatura constante de 220 °C y tiempos de residencia de 2 h para hoja, 6h para tallo y 2 h para raíz).

Tabla 4.11. Análisis elemental (CHONS) de los adsorbentes de naturales e hidrochars de Ho, Ta, Ra del jacinto de agua.

Muestra	% C	% H	% N	% S	*%O	O/C	H/C
Hoja	42.142	5.809	2.558	N.D	49.491	1.1743	0.1378
Hoja_Hidro	2.89	57.671	5.645	N.D	33.794	0.5860	0.0979
Tallo	39.257	5.625	0.818	N.D	54.300	1.3831	0.1432
Tallo_Hidro	1.152	50.764	5.429	N.D	42.656	0.8403	0.1069
Raíz	40.416	5.443	1.052	N.D	53.090	1.3135	0.1346
Raíz_Hidro	1.313	53.367	5.144	N.D	40.177	0.7528	0.0964

*Calculado por diferencia

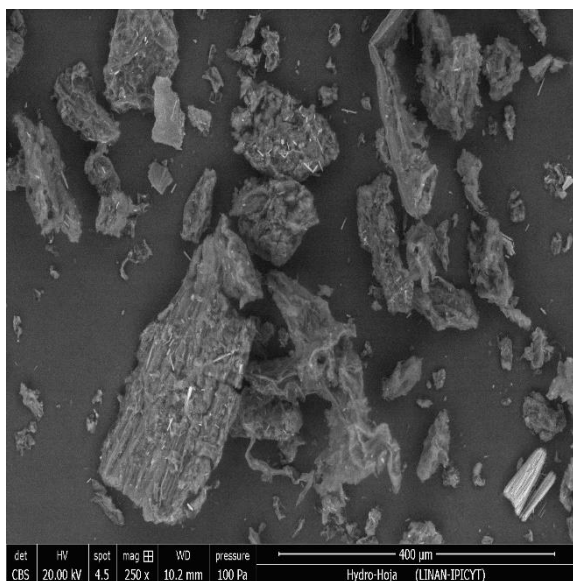
Por lo que, al tener un tiempo de residencia mayor, el contenido de carbono también disminuye, esto influye drásticamente en los contenidos de carbono.

Por otra parte, las relaciones H/C y O/C de las materias primas fueron más altas que las de los respectivos hidrochars, lo que podría deberse a la disociación de las reacciones de deshidratación y descarboxilación que ocurren en el proceso HTC.

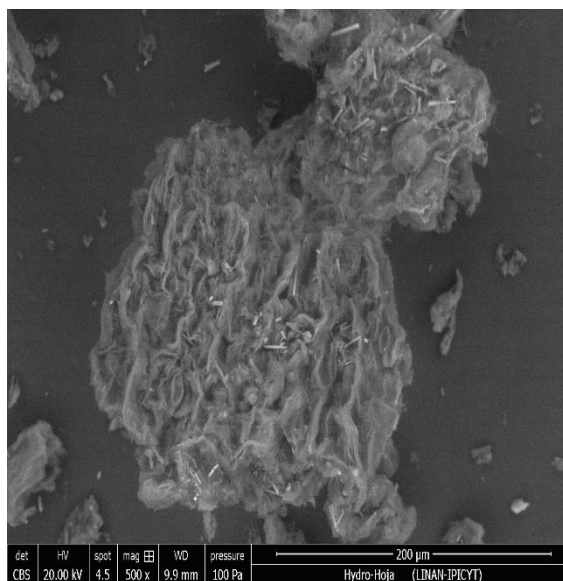
4.3.2.7. Microscopia electrónica de barrido

El análisis por microscopia electrónica de barrido (MEB) permite examinar los cambios en la morfología de la superficie y las propiedades físicas de los hidrochars de Hoja, Tallo y Raíz sin Pb(II) y saturado con Pb(II) después del equilibrio de adsorción a pH = 5; esto se efectúa para comprobar si los iones de Pb(II) precipitaban a estas condiciones experimentales. En las Figuras 4.8, 4.9 y 4.10 se ilustran las micrografías de los hidrochars de Ho, Ta y Ra, respectivamente. Se puede observar que las partículas son irregulares, se hace visible la proporción de partículas y fibras amorfas que dan origen a una estructura fragmentada de poros pequeños. También, se puede percibir que las partículas sufrieron algún tipo de compresión debido a la temperatura de síntesis a las que fueron sometidas durante la reacción de carbonización.

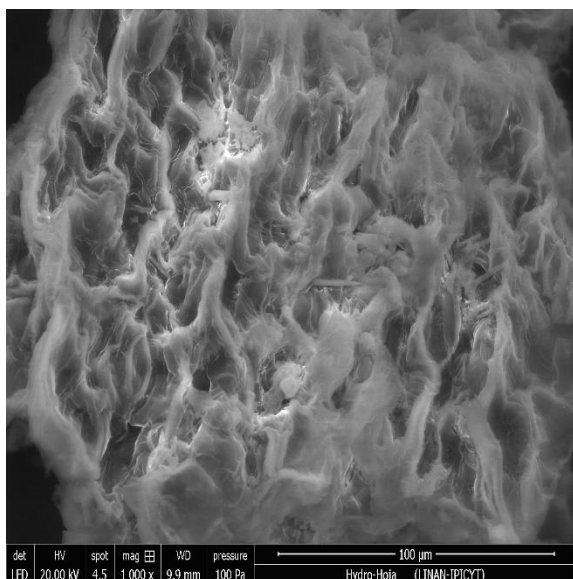
En las Figuras 4.11, 4.12 y 4.13 se muestran los hidrochars de Hoja, Tallo y Raíz saturados con Pb(II) a pH = 5, donde se observa que la morfología de las partículas del material sigue teniendo una forma irregular. Igualmente, se observan estructuras alargadas que podrían corresponder a la fibra de la celulosa, y, además, se perciben algunas zonas más brillantes que se pueden atribuir al Pb(II) adsorbido o precipitado. Titirici et al. (2015) mencionan que, de acuerdo con una serie de estudios de materiales carbonizados hidrotermalmente, gran parte de la biomasa macroestructural natural persiste incluso después de las reacciones de deshidratación, descarboxilación y desmetilación. Los cambios en estos materiales no son tan evidentes debido a que se manejó solo una sola temperatura de hidrocarbonización y solo uno de los materiales se manejó a un tiempo de residencia diferente.



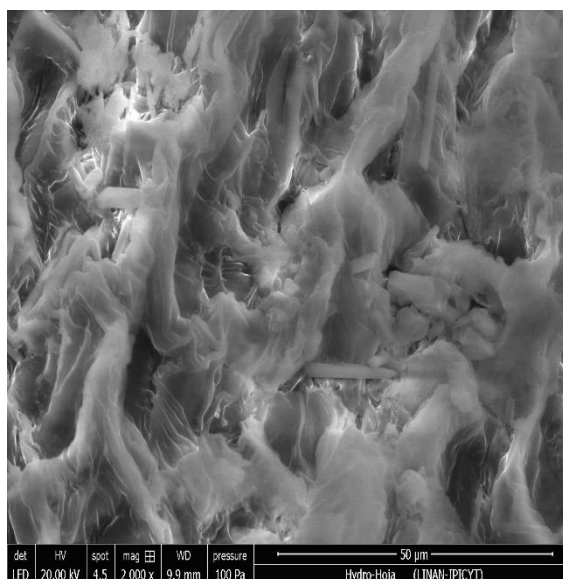
(a)



(b)

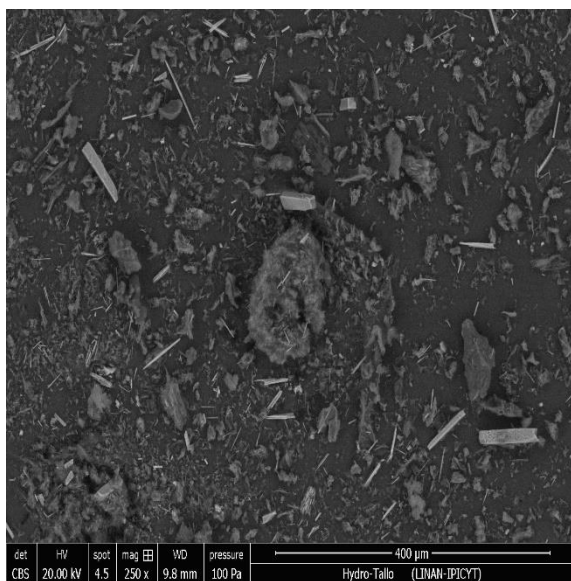


(c)

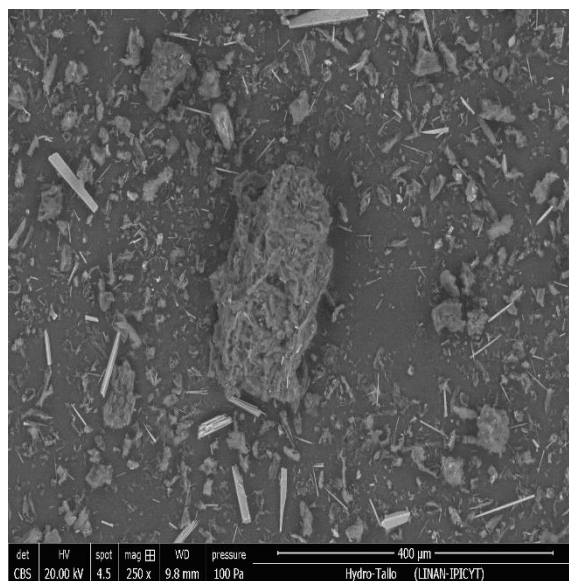


(d)

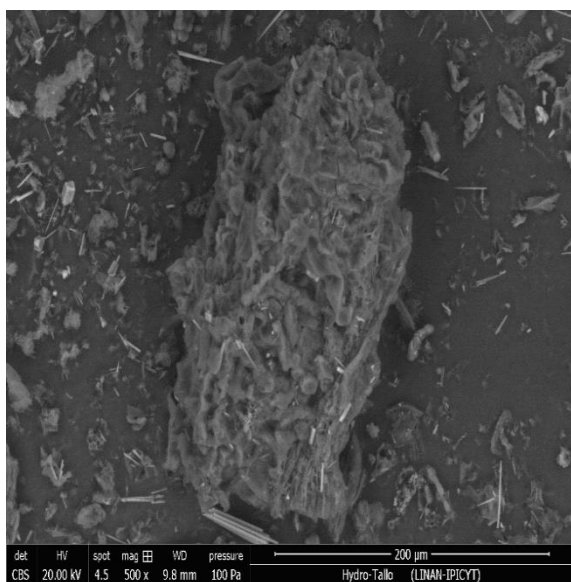
Figura 4.8. Fotomicrografías del hidrochar (Hoja) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 1000x y (d) 2000x



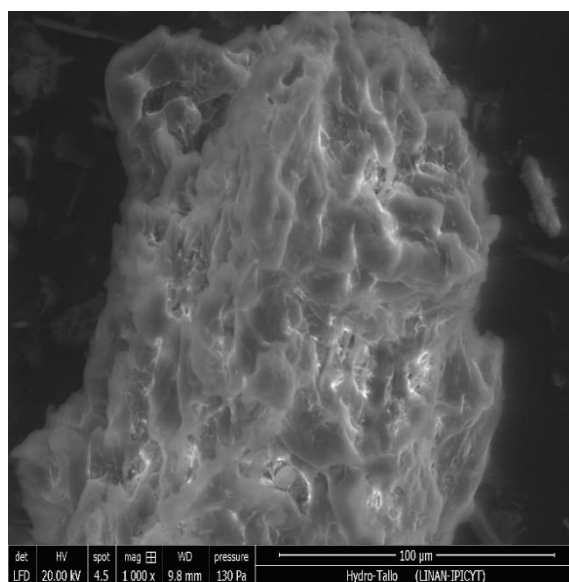
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.9. Fotomicrografías del hidrochar (Tallo) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 250x, (c) 500x y (d) 1000x

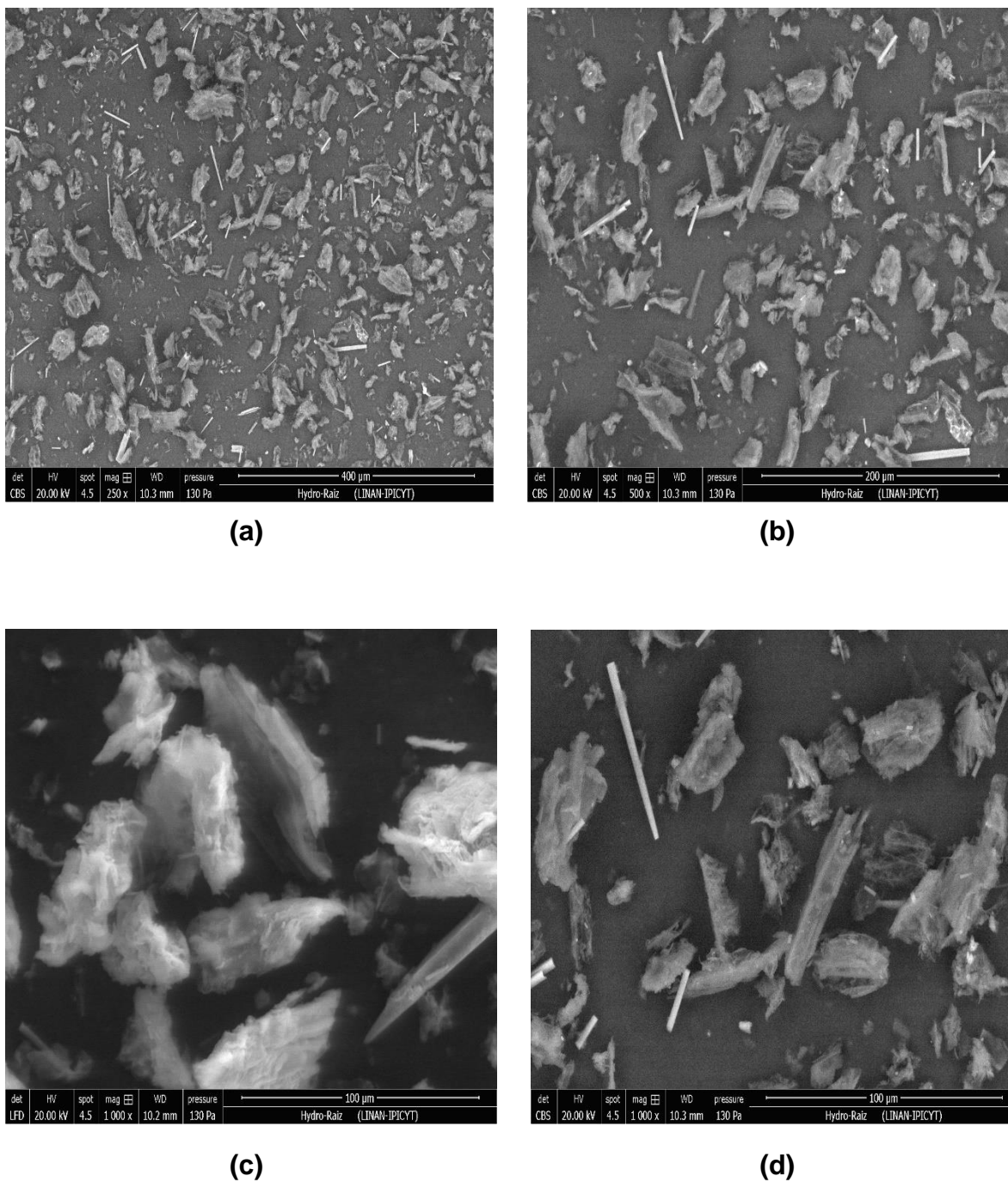
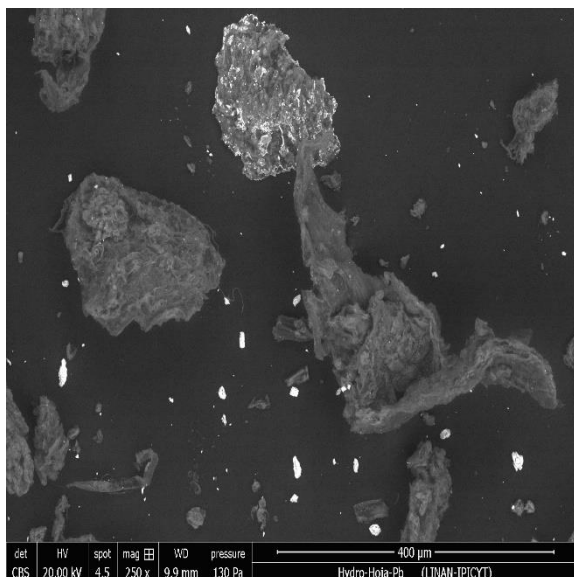
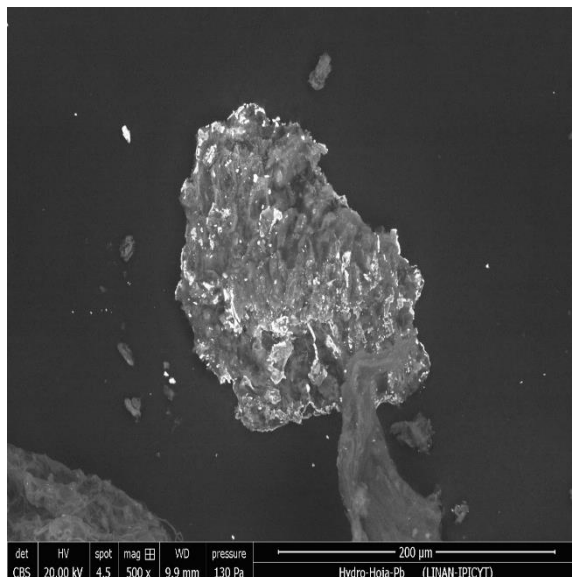


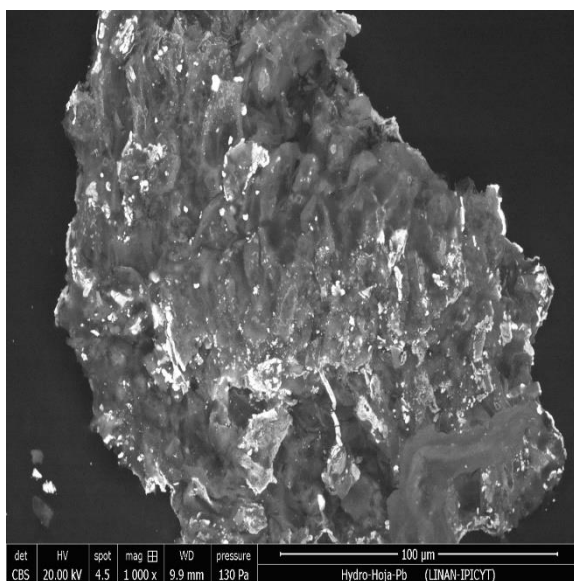
Figura 4.10. Fotomicrografías del hidrochar (Raíz) del jacinto de agua a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 1000x y (d) 1000x



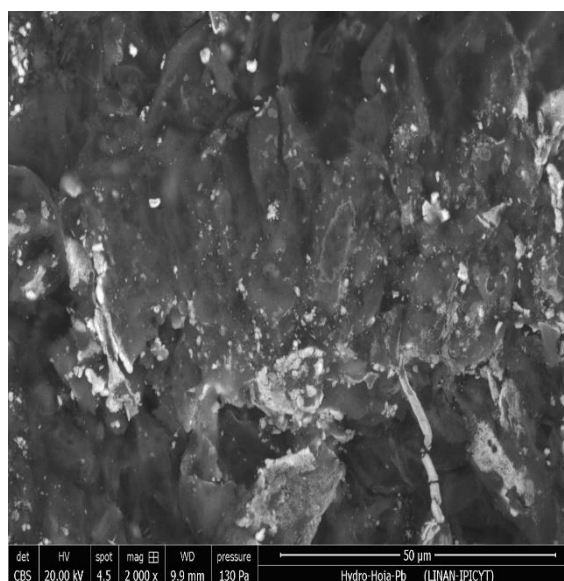
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.11. Fotomicrografías del Hidrochar (Hoja) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 1000x y (d) 2000x

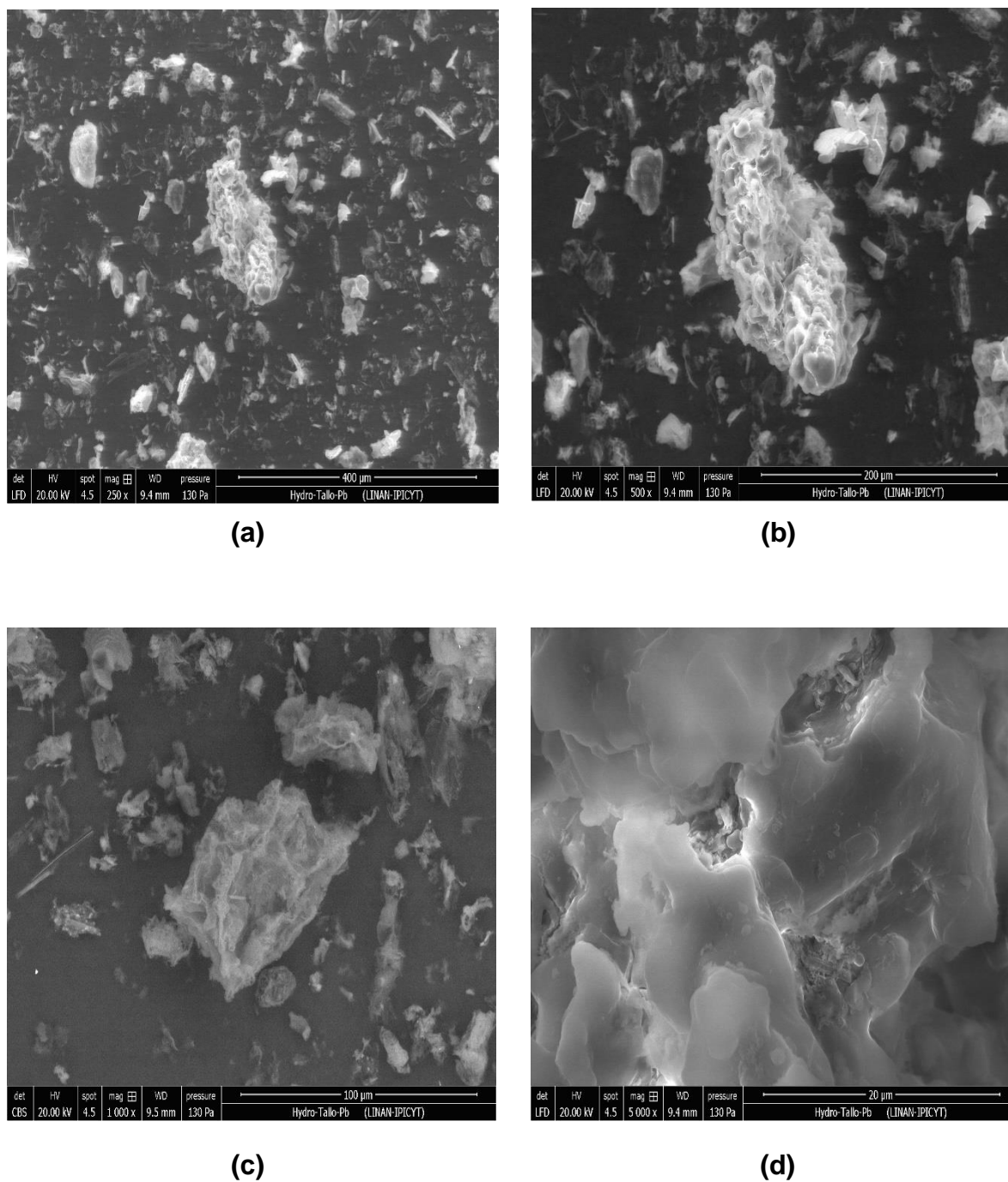


Figura 4.12. Fotomicrografías del Hidrochar (Tallo) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 500x, (c) 1000x y (d) 5000x

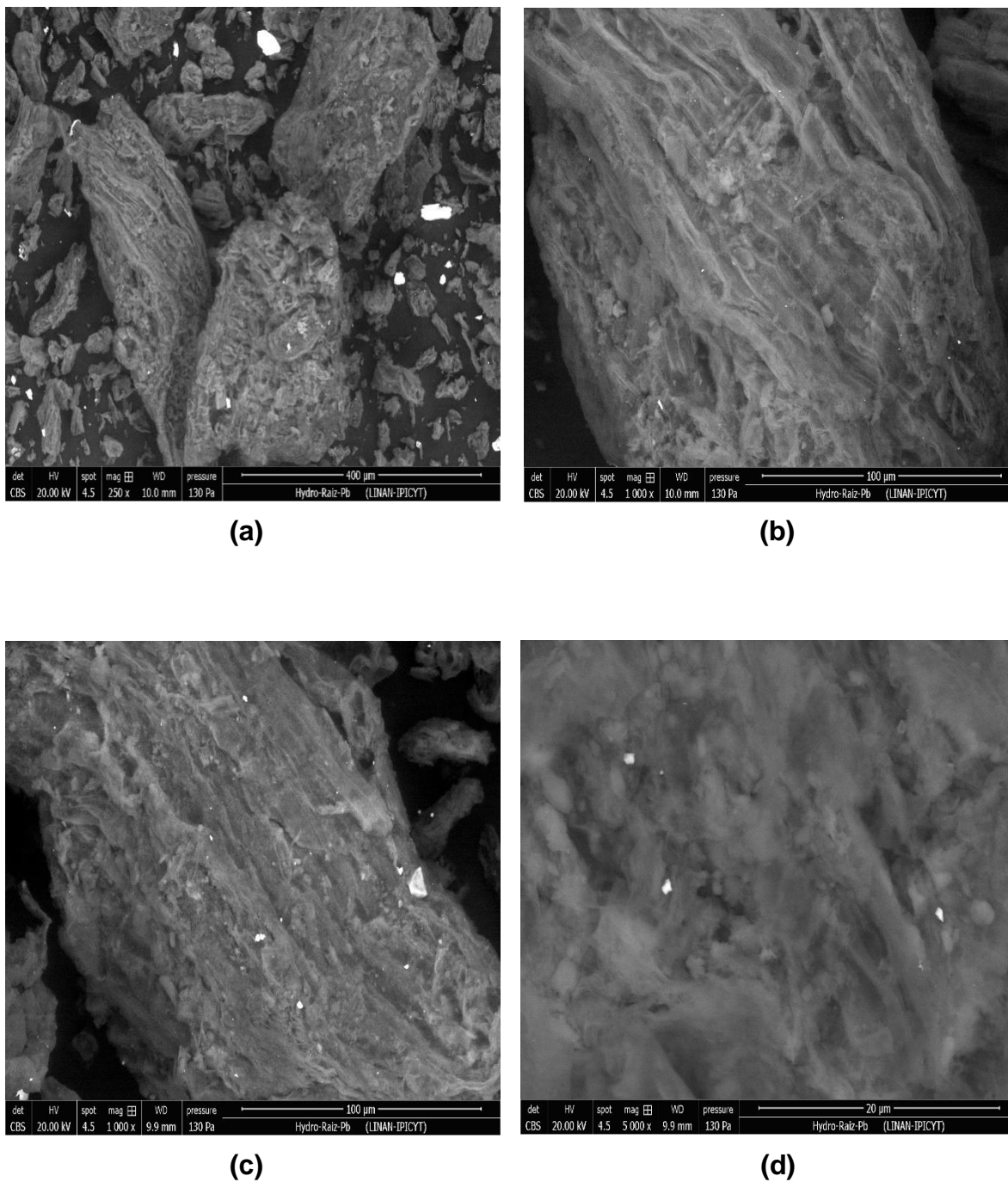


Figura 4.13. Fotomicrografías del Hidrochar (Raíz) del jacinto de agua después de la adsorción de Pb(II), a diferentes magnitudes: (a) 250x, (b) 1000x, (c) 1000x y (d) 5000x

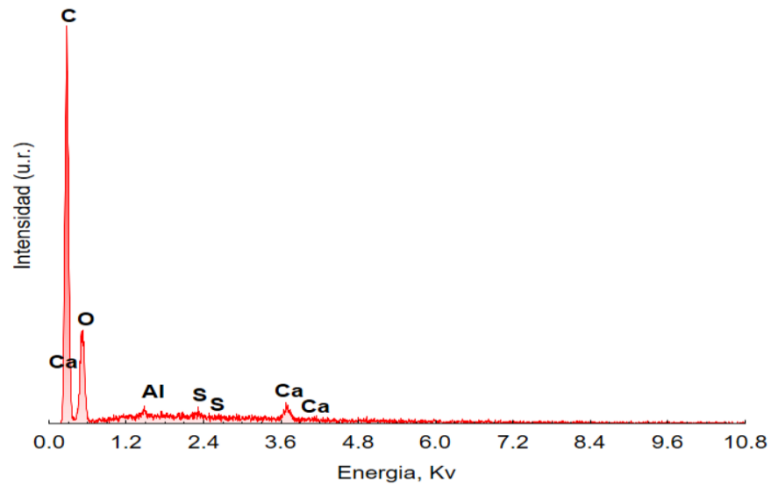
Durante el análisis, la presencia del plomo en la superficie de los materiales se confirmó por medio de un análisis semicuantitativo utilizando la espectroscopía de energía dispersiva de rayos-X (EDS) acoplada al SEM. Este análisis exhibe la composición elemental y la presencia de otros iones sobre las muestras.

En las Figuras 4.14 (a, b, c) se ilustran los espectrogramas de cada uno de los adsorbentes sin adsorción de plomo, donde se puede observar las señales correspondientes a cationes y algunos aniones. Además, para cada una de los adsorbentes se visualiza un aumento considerable después de la carbonización hidrotermal, ya que los picos característicos del carbón y oxígeno aumentaron debido a la transformación de la composición orgánica del material.

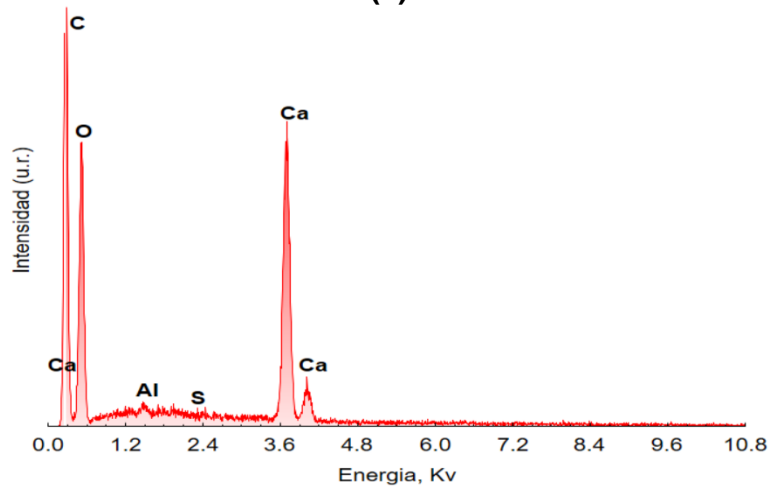
Finalmente, en las Figuras 4.15 (a, b, c) se presentan los espectrogramas del análisis EDS de los adsorbentes Ho, Ta y Ra con Pb(II) adsorbido donde se observa la aparición de los picos que caracterizan la presencia del plomo a los valores de energía de 2.4 y 10.4 kV.

La intensidad de la señal de Pb (II) detectada con respecto al pico del carbón fue menor, lo cual se asocia a la micro precipitación de Pb (II) que sucede sobre los adsorbentes y que se relaciona con la atenuación general de sus espectros FTIR (Ver Figura 3.8). Lo anterior revela que el Pb (II) se remueve por distintos mecanismos en todos los materiales.

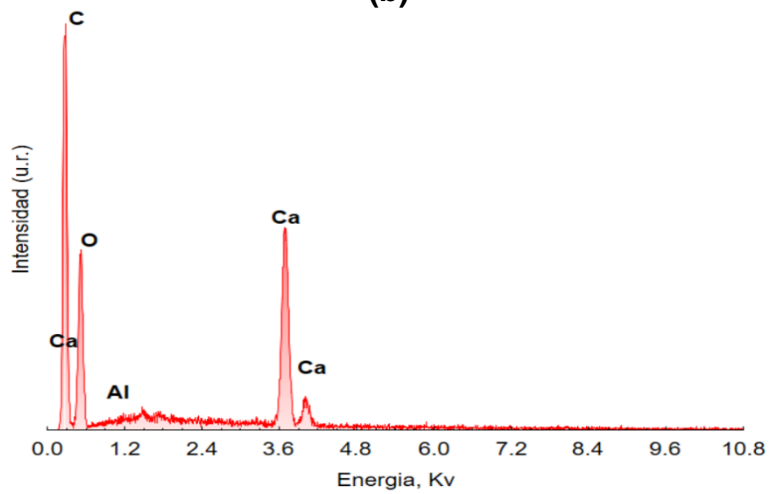
Como se ha reportado algunos estudios anteriormente, todos estos iones se encuentran presentes debido a que la planta es considerada naturalmente bioacumuladora de moléculas tanto orgánicas como inorgánicas (Meitei & Prasad, 2013). Por otro lado, se observa la presencia de oro, este último se debe a que las muestras se recubrieron con Au previo a su análisis.



(a)

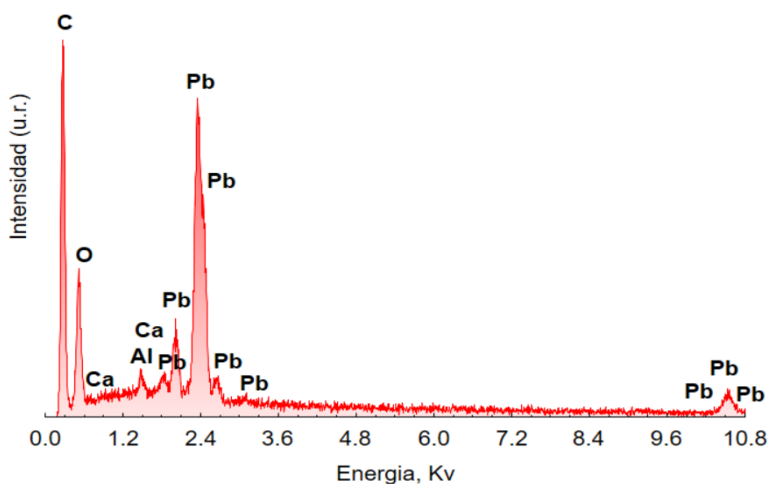


(b)

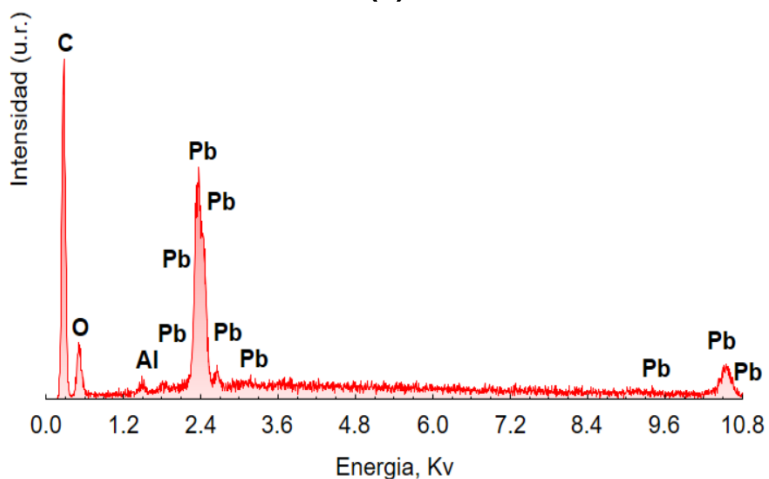


(c)

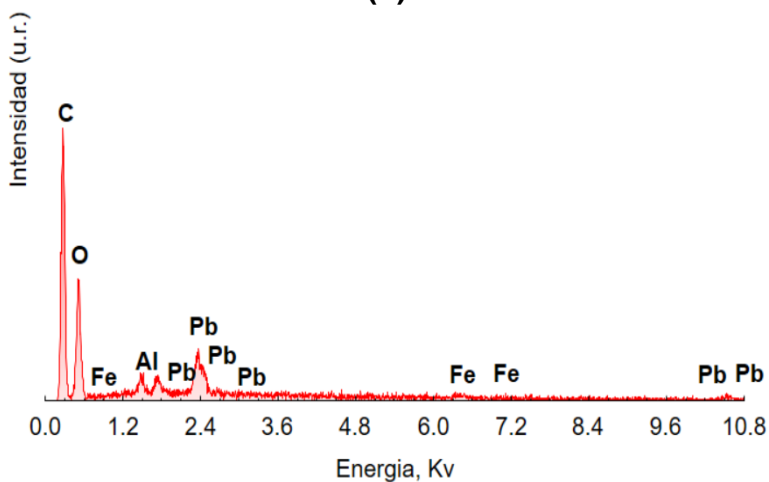
Figura 4.14. Espectrogramas de Fluorescencia de Rayos-X de la superficie de los hidrochars (a) Hoja, (b) Tallo y (c) Raíz del jacinto de agua.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.15. Espectrogramas de Fluorescencia de Rayos-X de la superficie de los hidrochars con Pb(II) : (a) Hoja, (b) Tallo y (c) Raíz del jacinto de agua.

4.3.3. Equilibrio de adsorción de Pb(II) sobre los hidrochars de Ho, Ta y Ra de jacinto de agua

Los datos experimentales del equilibrio de adsorción de Pb(II) sobre los hidrochars del jacinto de agua (Ho, Ta, Ra) se obtuvieron siguiendo el mismo procedimiento descrito en la Sección 3.3.2. Los modelos de las isothermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson se emplearon para interpretar los datos experimentales del equilibrio de adsorción. Se consideró que la isoterma que mejor ajusto es aquella que presento el menos porcentaje de desviación.

Las constantes de estas isothermas se estimaron utilizando un método de mínimos cuadrados, el cual se basó en minimizar la función objetivo por medio del algoritmo de optimización de Rosenbrock-Newton

En la Tabla 4.12 y 4.13 se reportan los parámetros y los porcentajes de desviación de las isothermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson. A partir de los valores de %D se puede verificar que los tres modelos interpretaron adecuadamente los datos experimentales. Sin embargo, el modelo de Langmuir ajusto mejor los datos experimentales, no obstante, los principios en los que se fundamentan cada modelo de isoterma no necesariamente corroboran el mecanismo por el cual se llevaba a cabo la adsorción. Las isothermas de adsorción de los datos experimentales del equilibrio de adsorción de plomo en solución acuosa sobre la biomasa Ho, Ta y Ra del jacinto de agua se muestran en las Figuras 4.16 a 4.21 . Las líneas de las Figuras representan los modelos de isothermas que mejor ajustaron los datos experimentales

Tabla 4.12. Parámetros de los modelos de las isothermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson para la adsorción de plomo sobre los hidrochars de Jacinto (Ho), (Ta) y (Ra) a distintos valores de pH y T=25 °C.

Adsorbente	pH	Freundlich			Langmuir		Redlich-Peterson				
		k	n	%D	q _m	k	%D	a	b	β	%D
Hidro_Hoja	3	2.96	1.76	6.51	123.19	0.005	4.81	0.26	0.75	3.06	7.21
	4	10.6	2.80	4.66	96.88	0.015	5.65	0.66	4.15	0.73	5.38
	5	31.3	3.77	3.61	133.1	0.058	6.14	1.66	11.6	0.69	2.98
Hidro_Tallo	3	4.76	1.92	11.04	139.87	0.006	11.01	0.32	1.01	2.89	8.14
	4	5.76	1.97	8.23	139.93	0.008	6.12	11.1	13.0	0.97	5.64
	5	20.5	2.90	11.80	143.54	0.030	6.38	1.38	10.3	0.68	5.91
Hidro_Raíz	3	0.46	1.22	10.7	193.1	0.001	12.86	5.05	5.41	0.99	7.46
	4	10.8	2.94	6.67	89.23	0.016	8.26	0.31	4.83	0.62	7.53
	5	21.5	4.19	7.68	82.29	0.067	2.54	0.003	21.8	0.23	2.57

Tabla 4.13. Parámetros de los modelos de las isothermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson para la adsorción de plomo sobre los hidrochars de Jacinto (Ho), (Ta) y (Ra) a distintas temperaturas y pH = 5.

Adsorbente	°T	Freundlich			Langmuir		Redlich-Peterson				
		k	n	%D	q _m	k	%D	a	b	β	%D
Hidro_Hoja Pb(II)	10	22.40	3.44	7.51	119.7	0.036	6.15	0.26	14.7	0.44	2.94
	25	31.33	3.77	6.48	133.1	0.058	7.81	0.17	26.0	0.34	8.08
	40	37.80	3.32	11.31	130.1	0.065	3.76	3.94	19.8	0.72	6.72
Hidro_Tallo Pb(II)	10	18.51	2.94	7.65	136.0	0.024	6.73	0.36	11.3	0.52	5.55
	25	20.57	2.90	12.67	143.5	0.030	8.66	1.38	10.37	0.68	4.34
	40	61.64	4.79	7.05	162.4	0.281	10.54	0.43	56.2	0.28	3.83
Hidro_Raíz Pb(II)	10	13.31	3.19	10.31	91.37	0.020	7.46	0.15	7.81	0.48	4.37
	25	15.47	3.33	6.89	95.40	0.023	6.34	0.26	7.74	0.53	5.10
	40	28.74	3.49	8.25	138.8	0.051	7.54	0.70	0.15	9.78	4.68

4.3.3.1. Efecto de pH y temperatura sobre la capacidad de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochars de jacinto

El efecto del pH sobre la capacidad de adsorción del plomo en solución acuosa sobre los hidrochars de Hoja, Tallo y Raíz de jacinto de agua se investigó determinando las isotermas de adsorción a pH de 3, 4 y 5. Todos los experimentos de adsorción se efectuaron a $\text{pH} \leq 6$ para impedir que se hagan presentes otras especies de plomo que precipiten.

En las Figuras 4.16 a 4.18 se presentan las isotermas de adsorción de Pb(II) sobre los hidrochars a diferentes valores de pH y una temperatura de 25 °C. Las capacidades de adsorción de los hidrochar Ho, Ta y Ra a una concentración de 600 mg/L calculadas con el modelo de Langmuir fueron: 80.85, 82.23 y 130.31 mg/g para los hidrochars de Hoja; de 92.96, 97.44 y 125.37 mg/g para los hidrochar de Tallo y de 60.66, 76.72 y 86.75 mg/g para los hidrochar de Raíz, llevadas a cabo a valores de pH de 3, 4 y 5, respectivamente. Esto representa un incremento en la capacidad de remoción significativa de 0.5 a 1.6 veces cuando el pH aumento de 3 a 4 y de 4 a 5, respectivamente. La distribución de carga de los materiales hidrochars (Ver Figura 4.4) muestra que a $\text{pH} > \text{pH}_{\text{PCC}}$, la carga neta superficial de los materiales es negativa y se incrementa gradualmente a valores de pH más ácidos.

De acuerdo con lo anterior, a $\text{pH} > \text{pH}_{\text{PCC}}$, la adsorción de Pb(II) sobre los materiales hidrochars se favorecieron por la atracción entre los iones Pb^{+2} y la carga negativa de la superficie del material. Revelando con ello la presencia de un mecanismo de atracción electrostática entre el Pb^{+2} en solución y la superficie del material. Por otro lado, a $\text{pH} < \text{pH}_{\text{PCC}}$, el Pb(II) se adsorbería, aunque la carga de la

superficie de los hidrochars fuera positiva, por lo que la superficie repele a los iones Pb^{+2} . Sugiriendo con ello la presencia de otros mecanismos de remoción como la quimisorción.

Es importante mencionar que durante la remoción del $Pb(II)$, el pH de la solución siempre disminuyó, y para mantenerlo constante fue necesario adicionar soluciones de NaOH o HNO_3 0.1 y 0.01 N. En los experimentos realizados a pH de 3, 4 y 5, el pH de la solución varió considerablemente decreciendo hasta valores cercanos a 2 en el primer día. Por otro lado, en los experimentos realizados a pH = 3, el pH de la solución se no vario tanto y se mantuvo constante. Esto indica que los iones H^+ de la superficie del aserrín se transfirieron a la solución y los cationes Pb^{+2} en solución se dispersaron por la superficie de los hidrochars. Esto sugiere un mecanismo de intercambio iónico.

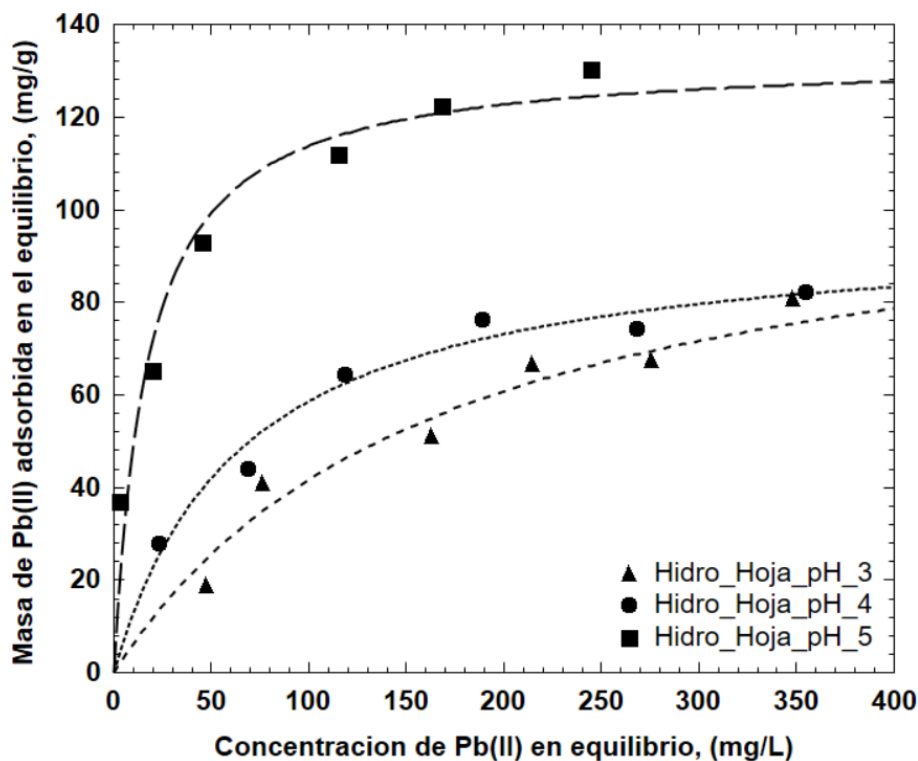


Figura 4.16. Isotermas de adsorción de $Pb(II)$ en solución acuosa sobre hidrochar de Hoja a distintos valores de pH y $T = 25\text{ }^{\circ}C$

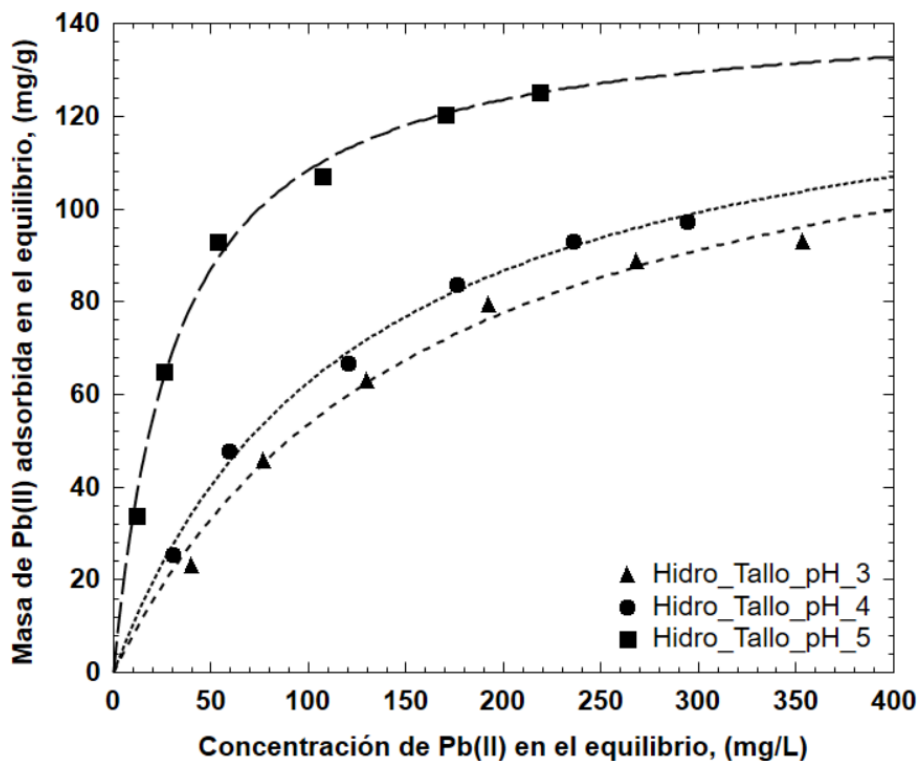


Figura 4.17. Isothermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochar de Tallo a distintos valores de pH y T = 25 °C

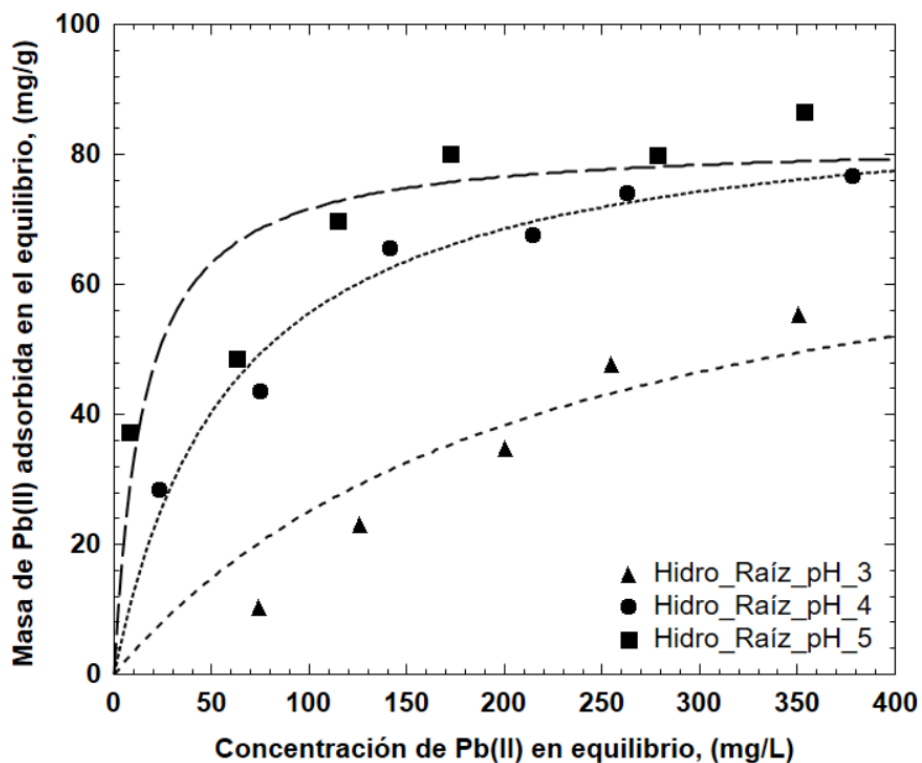


Figura 4.18. Isothermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochar de Raíz a distintos valores de pH y T = 25 °C

La isoterma de adsorción representa el equilibrio termodinámico entre el Pb(II) adsorbido y el Pb(II) en solución, y, por lo tanto, es dependiente de la temperatura. El efecto de la temperatura en la capacidad de los hidrochars para eliminar plomo se analizó determinando las isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre Ho, Ta y Ra a las temperaturas de 10, 25 y 40 °C y a un pH constante de 5.

En las Figuras 4.19, 4.20 y 4.21 se muestran las isotermas de adsorción de plomo sobre los hidrochars a base de jacinto a diferentes temperaturas y pH = 5. Las capacidades de adsorción que se obtuvieron a una concentración en el equilibrio de 600 mg/L calculadas con el modelo de Langmuir fueron: 116.28, 130.31, 164.64 mg/g; 125.25, 126.37, 171.04 mg/g y 82.82, 86.75, 131.47 mg/g para los hidrochar Hoja, Tallo y Raíz, respectivamente. Esto representa un incremento en la capacidad de adsorción de 1.4 y 1.6 veces, cuando la temperatura se eleva de 10 a 40 °C, respectivamente. Concluyendo con ello que la variación de la temperatura en el intervalo de 10 a 25 °C no afecta significativamente a la capacidad de adsorción.

El calor de adsorción a una misma masa de Pb(II) adsorbido, pero a diferentes temperaturas se le conoce como calor isostérico de adsorción y se estima mediante la ecuación siguiente:

$$(\Delta H_{\text{ads}})_q = \frac{R \ln \frac{C_2}{C_1}}{\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}} \quad (4.5)$$

Donde:

$(\Delta H_{\text{ads}})_q$ = Calor isostérico de adsorción, J/mol.

R = Constante universal de los gases ideales, 8.314 J/mol K.

C_1 = Concentración de Pb(II) a T_1 a un mismo valor de q en equilibrio, mg/L.

C_2 = Concentración de Pb(II) a T_2 a un mismo valor de q en equilibrio, mg/L.

T_1 = Temperatura a las condiciones 1, K

T_2 = Temperatura a las condiciones 2, K

A una masa de Pb(II) adsorbido sobre el Hidrochar de hoja de $q = 100$ mg/g, las concentraciones de Pb(II) en el equilibrio fueron $C_1 = 18.92$ mg/L y $C_2 = 151.45$ mg/L, a las temperaturas de $T_1 = 283.15$ K y $T_2 = 313.15$ K, respectivamente. El calor isostérico calculado con la ecuación fue 51.11 KJ/mol.

Este resultado indica que la adsorción de Pb(II) sobre el material es un proceso endotérmico.

En los procesos endotérmicos, el equilibrio se favorece aumentando la temperatura. Esto explica por qué la capacidad de adsorción se incrementó con la temperatura. La capacidad de adsorción se incrementó con la temperatura debido a que una mayor cantidad de iones de Pb(II) en solución poseían mayor energía cuando se aumentó la temperatura, de tal manera que los iones poseen energía suficiente para adsorberse sobre la superficie del material.

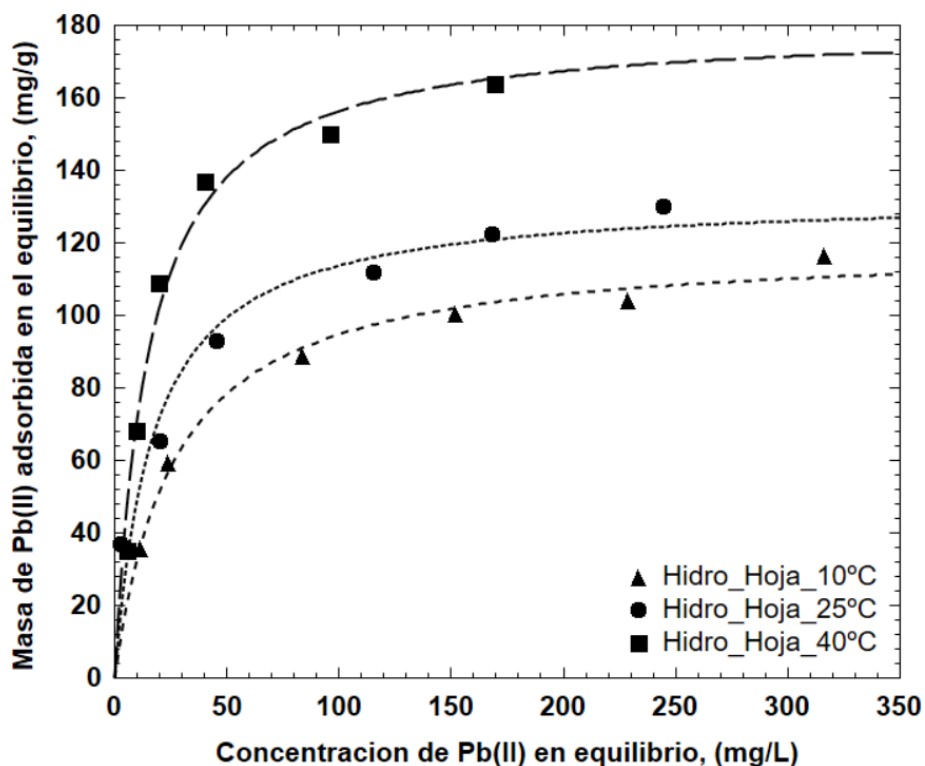


Figura 4.19. Isothermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochar Hoja a distintas Temperaturas y pH = 5.

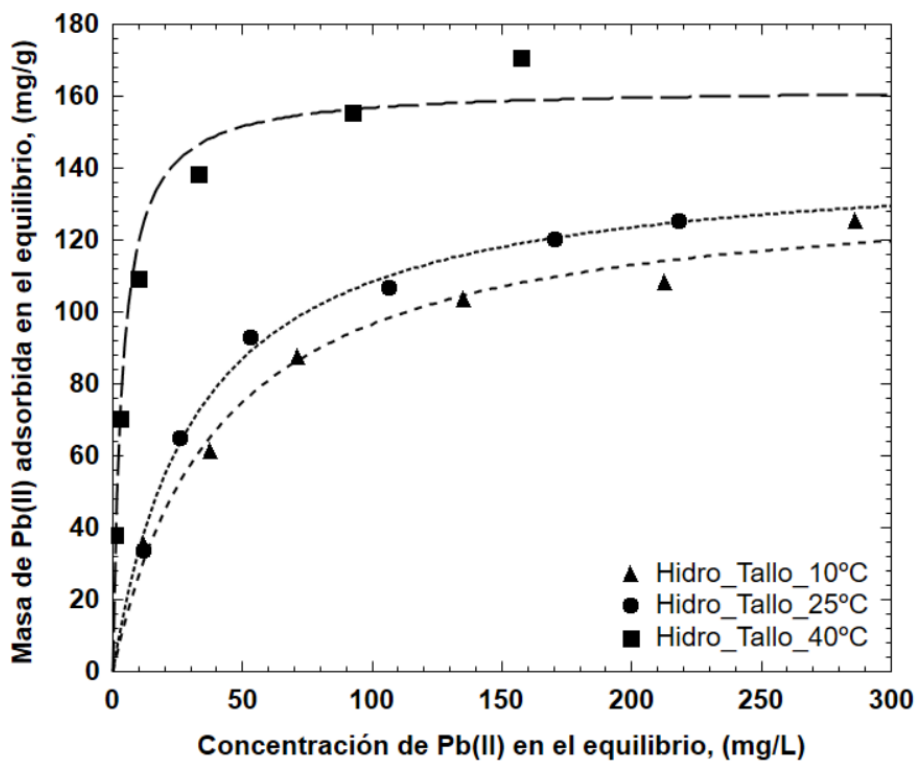


Figura 4.20. Isothermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochar Tallo a distintas Temperaturas y pH = 5.

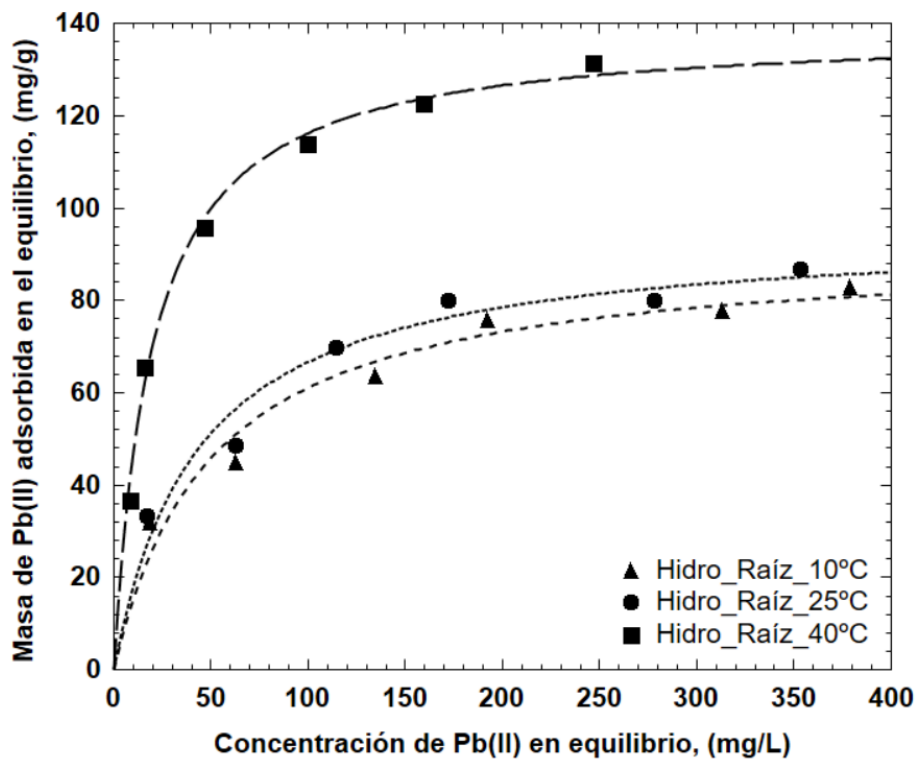


Figura 4.21. Isotermas de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre hidrochar Raíz a distintas Temperaturas y pH = 5.

4.3.4. Mecanismo de adsorción

La elucidación del mecanismo de adsorción permite entender mejor las interacciones entre el Pb(II) en solución y la superficie de los materiales en este estudio. Esto se alcanza comprendiendo la forma en que interactúa el ion en solución y los grupos funcionales presentes sobre en la superficie de los hidrochars a base de jacinto de agua.

Anteriormente, se discutió y analizó (Ver Sección 4.2.3.2) que los hidrochars presentan una cara negativa en toda la superficie para el intervalo pH estudiado. En la Sección 4.3.3.1 se analizó el efecto del pH en la capacidad de adsorción. Las interacciones electrostáticas favorecieron la adsorción de Pb(II) sobre los materiales debido a que plomo en solución se encuentra como la especie catiónica Pb^{+2} y es atraído hacia la superficie por la carga negativa presente.

Los experimentos de adsorción de Pb(II) en solución acuosa sobre los hidrochars se realizaron en un intervalo de valores de pH de 2 a 5 y se encontró que la capacidad para adsorber Pb(II) se elevó aumentando el pH. En estas condiciones el Pb(II) es atraído electrostáticamente ya que la superficie del hidrochar está cargada negativamente. El incremento de la capacidad de adsorción con el pH se atribuyó a que la atracción entre el ion plomo y la superficie de material aumentó con el aumento del pH de la solución de 3 a 4 y de 4 a 5, respectivamente.

La síntesis de los materiales en este estudio aludió a la formación de una cantidad mayor de grupos oxigenados, por lo que se podría estipular la adsorción por enlaces carbonilo, hidroxilos, carboxilos y fenólicos, ya que al presentar una matriz acida favorece las interacciones de los iones plomos presente en la solución.

4.4. Conclusiones

Los hidrochars de Ho, Ta y Ra poseen un carácter ácido, debido a la prevalencia de este tipo de grupos funcionales, principalmente del tipo fenólicos carboxílicos. Lo cual es acorde con la estructura molecular. La síntesis o la transformación hidrotermal de los materiales Ho, Ta y Ra incrementa la concentración de los sitios ácidos, como se demuestra la Tabla 4.9.

El aumento de los sitios ácidos provocó un decaimiento del pH_{PCC} , por otra parte, los diagramas de distribución de carga superficial presentaron un comportamiento acorde con el tipo de grupos funcionales.

La información proporcionada por espectroscopia en el infrarrojo (IR-ATR) corroboró el aumento de los grupos oxigenados en especial los grupos carboxilos, carbonilos y la presencia de otros enlaces en la superficie del hidrochar ya que las bandas características de estos grupos mostraron un aumento y un débil desplazamiento en su intensidad. El análisis termogravimétrico (TGA-DTG) de las muestras reveló que las interacciones entre la síntesis y descomposición de polisacáridos bajo las condiciones de reacción HTC resultaron en la formación de enlaces químicos diferentes, debido a los componentes remanentes durante el proceso por lo que podrían mejorar la interacción de los grupos funcionales superficiales en la adsorción de Pb(II).

El análisis por microscopía electrónica de barrido (SEM) reveló que la superficie de los hidrochars presenta una estructura parcialmente ordenada en forma de fibrillas aglomeradas. El análisis por fluorescencia de rayos X antes y después de la adsorción de plomo mostró que este se adsorbe sobre toda la superficie del material y también forma cúmulos, ya que se da una micro

precipitación por los cambios de pH al llevar a cabo las pruebas de equilibrios de adsorción. Los datos experimentales de las isothermas de remoción de plomo sobre los hidrochars se interpretaron por las isothermas de Freundlich, Langmuir y Redlich-Peterson. La isoterma de Langmuir ajustó mejor los datos experimentales ya que fue la que presentó el menor porcentaje de desviación.

El proceso de síntesis de los hidrochars incrementó parcialmente la capacidad de remoción del contaminante bajo las mismas condiciones experimentales, con respecto a la capacidad de biosorción de la biomasa natural del jacinto de agua. El pH de la solución es el factor que más afecta la capacidad de los materiales para adsorber Pb(II). Esto es debido al aumento de las atracciones electrostáticas entre el plomo en solución y la superficie. La variación de la temperatura en el intervalo estudiado incrementa significativamente la capacidad de adsorción de Pb(II) sobre los materiales debido a que el incremento de la temperatura favorece la energía de atracción de los iones sobre la superficie del material. El principal mecanismo de adsorción de Pb(II) sobre los hidrochars fue el intercambio iónico, seguido de las atracciones electrostáticas.

5. CONCLUSIONES GENERALES

El empleo de la biomasa de jacinto de agua como material adsorbente biosorbente de Pb(II) ha demostrado ser una excelente opción ya que presenta buenas capacidades de remoción, es amigable con el medio, se encuentra disponible en grandes cantidades y es factible para muchos otros usos.

Este trabajo se divide en dos secciones muy específicas, de las cuales se obtuvieron resultados favorables, en la primera sección (Capítulo 3) se evalúa el material natural de la biomasa de jacinto de agua para remover plomo de soluciones acuosas que de acuerdo con los resultados experimentales revelaron que el parámetro de operación más significativo es el pH de la disolución, ya que al aumentar el pH del medio acuoso la masa adsorbida se incrementa. Por otra parte, los mecanismos que gobiernan la biosorción de Pb(II) sobre el material son el intercambio iónico y las atracciones electrostáticas.

Por otra parte se encuentra la segunda sección (Capítulo 4) que se centra en la síntesis de un carbonizado bajo condiciones hidrotermales, donde se examinaron de manera superficial la influencia de la temperatura, el tiempo de residencia y la relación agua/biomasa, ya que de acuerdo a la bibliografía técnica y actual los procesos de HTC se llevan a cabo durante las primeras horas, la relación biomasa/agua casi no influye y la temperatura debe ser controlada por que se obtiene un material con baja disponibilidad de grupos oxigenados y remanentes que interfieren con otros análisis. Los resultados experimentales revelaron que el parámetro de operación más significativo es el pH, el aumento de temperatura en la disolución, ya que al aumentar el pH del medio acuoso la masa adsorbida se incrementa y los iones obtienen una mayor energía con el aumento de temperatura.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Abdel-Ghani, N.T., Hefny, M., El-Chaghaby, Gh.A.F., (2007). Removal of lead from aqueous solution using low-cost abundantly available adsorbents. *Int. J. Environ. Sci. Tech.*, 4 (1), 67-73.
- Abdelhamid, A., & Gabr, A. (1991). Evaluation of water hyacinth as a feed for ruminants. *Archiv Für Tierernaehrung*, 41(7-8), 745-756.
- Abdolali, A., Guo, W., Ngo, H., Chen, S., Nguyen, N., & Tung, K. (2014). Typical lignocellulosic wastes and by-products for biosorption process in water and wastewater treatment: A critical review. *Bioresource Technology*, 160, 57-66.
- Acharya, B., Dutta, A., & Minaret, J. (2015). Review on comparative study of dry and wet torrefaction. *Sustainable Energy Technologies and Assessments*, 12, 26-37.
- Adamu, B., Tansey, K., & Ogutu, B. (2018). Remote sensing for detection and monitoring of vegetation affected by oil spills. *International Journal of Remote Sensing*, 39(11), 3628–3645.
- Agencia para Sustancias Tóxicas y el Registro de Enfermedades, (ATSDR). 1999. ToxFAQs para Plomo. Departamento de Salud y Servicios Humanos., Atlanta, GA., USA
- Ahluwalia, S., & Goyal, D. (2007). Microbial and plant derived biomass for removal of heavy metals from wastewater. *Bioresource Technology*, 98(12), 2243-2257.
- Ajmal, M., Rao, R., Ahmad, R., & Ahmad, J. (2000). Adsorption studies on *Citrus reticulata* (fruit peel of orange): removal and recovery of Ni (II) from electroplating wastewater. *Journal Of Hazardous Materials*, 79(1-2), 117-131.
- Akhtar, N., Iqbal, J., & Iqbal, M. (2004). Enhancement of Lead (II) Biosorption by Microalgal Biomass Immobilized onto Loofa (*Luffa cylindrica*) Sponge. *Engineering In Life Sciences*, 4(2), 171-178.

- Aksu, Z., & İsoğlu, İ. (2005). Removal of copper(II) ions from aqueous solution by biosorption onto agricultural waste sugar beet pulp. *Process Biochemistry*, 40(9), 3031-3044.
- Albright, T. (2004). The rise and fall of water hyacinth in Lake Victoria and the Kagera River Basin, 1989-2001.
- Allam, F., Elnouby, M., El-Khatib, K., El-Badan, D., & Sabry, S. (2020). Water hyacinth (*Eichhornia crassipes*) biochar as an alternative cathode electrocatalyst in an air-cathode single chamber microbial fuel cell. *International Journal of Hydrogen Energy*, 45(10), 5911-5927.
- Al-lami, A. K., Abbood, R. A., al Maliki, A. A., & Al-Ansari, N. (2021). Using vegetation indices for monitoring the spread of Nile Rose plant in the Tigris River within Wasit province, Iraq. *Remote Sensing Applications: Society and Environment*, 22, 100471.
- Anandkumar, J., & Mandal, B. (2009). Removal of Cr(VI) from aqueous solution using Bael fruit (*Aegle marmelos correa*) shell as an adsorbent. *Journal Of Hazardous Materials*, 168(2-3), 633-640.
- Ansari, A., Naeem, M., Gill, S., & AlZuaibr, F. (2020). Phytoremediation of contaminated waters: An eco-friendly technology based on aquatic macrophytes application. *The Egyptian Journal of Aquatic Research*.
- AOAC. (1990). Official methods of analysis of the AOAC, 15th ed. Association of official analytical chemists. Arlington, VA, USA.
- Asadullah, M., Rahman, M., Ali, M., Rahman, M., Motin, M., Sultan, M., & Alam, M. (2007). Production of bio-oil from fixed bed pyrolysis of bagasse. *Fuel*, 86(16), 2514-2520.
- Aswani, M., & Pavan Kumar, M. (2019). A novel water hyacinth based biosorbent for 2,4-dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D) removal from aqueous solution. *DESALINATION AND WATER TREATMENT*, 165, 163-176.
- Atehortua, E., and Gartner, C. (2013). Estudios preliminares de la biomasa seca de *Eichhornia crassipes* como adsorbente de plomo y cromo em aguas. *Rev. Colomb. Mater.* 0, 81–92.

- Babic, B.M., Milonjic, S.K., Polovina, M.J., y Kaludierovic, B.V. (1999) *Point of zero charge and intrinsic equilibrium constants of activated carbon cloth*, *Carbon*, 37, 477–481.
- Bailey, S., Olin, T., Bricka, R., & Adrian, D. (1999). A review of potentially low-cost sorbents for heavy metals. *Water Research*, 33(11), 2469-2479.
- Balasubramanian, K., & Burghard, M. (2005). Chemically Functionalized Carbon Nanotubes. *Small*, 1(2), 180-192.
- Barraza, V., Grings, F., Salvia, M., Perna, P., Carbajo, A., & Karszenbaum, H. (2013). Monitoring and modelling land surface dynamics in Bermejo River Basin, Argentina: time series analysis of MODIS NDVI data. *International Journal of Remote Sensing*, 34(15), 5429–5451.
- Barrett, S. y I. Forno. 1982. Style morph distribution in new world populations of *Eichhornia crassipes* (mart.) solms-laubach (water hyacinth). *Aquatic Botany*, 13: 299–306.
- Barros, A., Prasad, S., Leite, V., & Souza, A. (2007). Biosorption of heavy metals in upflow sludge columns. *Bioresource Technology*, 98(7), 1418-1425.
- Bergier, I., Salis, S., Miranda, C., Ortega, E., & Luengo, C. (2012). Biofuel production from water hyacinth in the Pantanal wetland. *Ecohydrology & Hydrobiology*, 12(1), 77-84.
- Bhatnagar, A., & Sillanpää, M. (2010). Utilization of agro-industrial and municipal waste materials as potential adsorbents for water treatment—A review. *Chemical Engineering Journal*, 157(2-3), 277-296.
- Blázquez, G., Hernáinz, F., Calero, M., Martín-Lara, M., & Tenorio, G. (2009). The effect of pH on the biosorption of Cr (III) and Cr (VI) with olive stone. *Chemical Engineering Journal*, 148(2-3), 473-479.
- Blázquez, G., Martín-Lara, M., Dionisio-Ruiz, E., Tenorio, G., & Calero, M. (2012). Copper biosorption by pinecone shell and thermal decomposition study of the exhausted biosorbent. *Journal Of Industrial and Engineering Chemistry*, 18(5), 1741-1750.

- Boehm H.P. (1994). Some aspects of the surface chemistry of carbon blacks and other carbons. *Carbon* 32 (5), 759-769.
- Bolenz, S., Omran, H., & Gierschner, K. (1990). Treatments of water hyacinth tissue to obtain useful products. *Biological Wastes*, 33(4), 263-274.
- Bulut, Y., & Baysal, Z. (2006). Removal of Pb(II) from wastewater using wheat bran. *Journal Of Environmental Management*, 78(2), 107-113.
- BULUT, Y., & TEZ, Z. (2007). Removal of heavy metals from aqueous solution by sawdust adsorption. *Journal Of Environmental Sciences*, 19(2), 160-166.
- Cao, F., Lian, C., Yu, J., Yang, H., & Lin, S. (2019). Study on the adsorption performance and competitive mechanism for heavy metal contaminants removal using novel multi-pore activated carbons derived from recyclable long-root *Eichhornia crassipes*. *Bioresource Technology*, 276, 211-218.
- Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente, (CEPIS). 1995. Intoxicación por Plomo: De la detección a la prevención primaria. *Salud Pública de México*, 37, 264-275.
- Cha, J., Park, S., Jung, S., Ryu, C., Jeon, J., Shin, M., & Park, Y. (2016). Production and utilization of biochar: A review. *Journal Of Industrial and Engineering Chemistry*, 40, 1-15.
- Chanaka Udayanga, W., Veksha, A., Giannis, A., Lisak, G., Chang, V., & Lim, T. (2018). Fate and distribution of heavy metals during thermal processing of sewage sludge. *Fuel*, 226, 721-744.
- Chander, S., Pompapathi, V., Gujrati, A., Singh, R. P., Chaplot, N., & Patel, U. D. (2018). GROWTH OF INVASIVE AQUATIC MACROPHYTES OVER TAPI RIVER. *The International Archives of the Photogrammetry, Remote Sensing and Spatial Information Sciences*, XLII-5, 829–833.
- Cho, H. J., Kirui, P., & Natarajan, H. (2008). Test of Multi-spectral Vegetation Index for Floating and Canopy-forming Submerged Vegetation. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 5(5), 477–483.

- Chutia, P., Kato, S., Kojima, T., & Satokawa, S. (2009). Adsorption of As(V) on surfactant-modified natural zeolites. *Journal Of Hazardous Materials*, 162(1), 204-211.
- Cisneros, B. (2001). La contaminación ambiental en México : causas, efectos y tecnología apropiada. México: Limusa, Colegio de Ingenieros Ambientales de México A.C, 2, pp. 227.
- Correll, M. C. Johnston, C. L. (1970). MANUAL OF THE VASCULAR PLANTS OF TEXAS. *Rhodora*, 72(792), 533-535.
- Cushnie, G.C. (1984) Removal of Metals from Waste Water: Neutralization and Precipitation, Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey.
- Dashti Khavidaki, H., & Aghaie, H. (2013). Adsorption of Thallium(I) Ions Using Eucalyptus Leaves Powder. *CLEAN - Soil, Air, Water*, 41(7), 673-679.
- Deshpande, S. K., Bhotmange, M. G., Chakrabarti, T., & Shastri, P. N. (2008). Production of cellulase and xylanase by *Trichoderma reesei* (QM 9414 mutant), *Aspergillus niger* and mixed culture by solid state fermentation (SSF) of water hyacinth (*Eichhornia crassipes*).
- EBC (2012) 'European Biochar Certificate – Guidelines for a Sustainable Production of Biochar.' European Biochar Foundation (EBC), Arbaz, Switzerland
- Elangovan, R., Philip, L., & Chandraraj, K. (2008). Biosorption of chromium species by aquatic weeds: Kinetics and mechanism studies. *Journal Of Hazardous Materials*, 152(1), 100-112.
- El-Naggar, A., El-Naggar, A., Shaheen, S., Sarkar, B., Chang, S., & Tsang, D. et al. (2019). Biochar composition-dependent impacts on soil nutrient release, carbon mineralization, and potential environmental risk: A review. *Journal Of Environmental Management*, 241, 458-467.
- Emsley, J. 2003. Nature's Building Blocks An A-Z guide to the elements. 3rd ed. Oxford University Press, Oxford, pp. 552.
- Escalante Rebolledo, A., G. Pérez López, C. Hidalgo Moreno, J. López Collado, J. Campo Alves, E. Valtierra Pacheco y J. D. Etchevers Barra. 2016. Biocarbón (biochar) I: Naturaleza, historia, fabricación y uso en el suelo. *Terra Latinoamericana* 34: 367-382.

- Figueira, M., Volesky, B., Azarian, K., & Ciminelli, V. (2000). Biosorption Column Performance with a Metal Mixture. *Environmental Science & Technology*, 34(20), 4320-4326.
- Flórez-Ariza, A.J. (2018). Diseño experimental por compósito central para optimizar la capacidad de la biomasa de *Eichhornia crassipes* en la remoción de Cadmio (II) presente en soluciones acuosas. *Tesis de maestría*. Universidad Nacional de Ingeniería. Lima, Perú.
- Forstner, U., Wittmann, G.T.W. (1983). Metal Pollution in the Aquatic Environment, 2da Edición, Springer, New York.
- Friedl, A., Padouvas, E., Rotter, H., & Varmuza, K. (2005). Prediction of heating values of biomass fuel from elemental composition. *Analytica Chimica Acta*, 544(1-2), 191-198.
- Gao, P., Zhou, Y., Meng, F., Zhang, Y., Liu, Z., Zhang, W., & Xue, G. (2016). Preparation and characterization of hydrochar from waste eucalyptus bark by hydrothermal carbonization. *Energy*, 97, 238-245.
- Gao, P., Zhou, Y., Meng, F., Zhang, Y., Liu, Z., Zhang, W., & Xue, G. (2016b). Preparation and characterization of hydrochar from waste eucalyptus bark by hydrothermal carbonization. *Energy*, 97, 238–245.
- Gao, Y., Wang, X., Wang, J., Li, X., Cheng, J., Yang, H., & Chen, H. (2013). Effect of residence time on chemical and structural properties of hydrochar obtained by hydrothermal carbonization of water hyacinth. *Energy*, 58, 376-383.
- Gaur, N., Kukreja, A., Yadav, M., & Tiwari, A. (2018). Adsorptive removal of lead and arsenic from aqueous solution using soya bean as a novel biosorbent: equilibrium isotherm and thermal stability studies. *Applied Water Science*, 8(4).
- George, C., Wagner, M., Kücke, M., & Rillig, M. C. (2012). Divergent consequences of hydrochar in the plant–soil system: Arbuscular mycorrhiza, nodulation, plant growth and soil aggregation effects. *Applied Soil Ecology*, 59, 68–72.

- Ghanim, B., Pandey, D., Kwapinski, W., & Leahy, J. (2016). Hydrothermal carbonisation of poultry litter: Effects of treatment temperature and residence time on yields and chemical properties of hydrochars. *Bioresource Technology*, 216, 373-380.
- Gleason, H., & Cronquist, A. (1991). Manual of Vascular Plants of Northeastern United States and Adjacent Canada. The New York Botanical Garden, Bronx, NY, 2nd Edition.
- Gopal, B. (1987). Vegetation dynamics in temporary and shallow freshwater habitats. *Aquatic Botany*, 23(4), 391-396.
- Gopu, C., Gao, L., Volpe, M., Fiori, L., & Goldfarb, J. (2018). Valorizing municipal solid waste: Waste to energy and activated carbons for water treatment via pyrolysis. *Journal Of Analytical and Applied Pyrolysis*, 133, 48-58.
- Guevara, M & Ramírez-Cando, L. (2015). Eichhornia crassipes, su invasividad y potencial fitorremediador. *La Granja: Revista de Ciencias de la Vida*. Vol. 22(2): 5-11. ISSNp: 1390-3799, ISSNe: 1390-8596.
- Gupta, A., & Balomajumder, C. (2015). Simultaneous removal of Cr(VI) and phenol from binary solution using Bacillus sp. immobilized onto tea waste biomass. *Journal Of Water Process Engineering*, 6, 1-10.
- Hammud, H., El-Shaar, A., Khamis, E., & Mansour, E. (2014). Adsorption Studies of Lead by Enteromorpha Algae and Its Silicates Bonded Material. *Advances In Chemistry*, 2014, 1-11.
- Hasan, S., Talat, M., & Rai, S. (2007). Sorption of cadmium and zinc from aqueous solutions by water hyacinth (Eichhornia crassipes). *Bioresource Technology*, 98(4), 918-928.
- He, C., Giannis, A., & Wang, J. Y. (2013). Conversion of sewage sludge to clean solid fuel using hydrothermal carbonization: Hydrochar fuel characteristics and combustion behavior. *Applied Energy*, 111, 257–266. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2013.04.084>
- Helrich, K. (1990). *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists* (15th ed., pp. 60-62). Arlington, Va.: Association of Official Analytical Chemists (AOAC).

- Hu, B., Wang, K., Wu, L., Yu, S., Antonietti, M., & Titirici, M. (2010). Engineering Carbon Materials from the Hydrothermal Carbonization Process of Biomass. *Advanced Materials*, 22(7), 813-828.
- Hu, Z., Ma, X., & Li, L. (2015). Optimal conditions for the catalytic and non-catalytic pyrolysis of water hyacinth. *Energy Conversion and Management*, 94, 337-344.
- Huang, Y., Li, S., Chen, J., Zhang, X., & Chen, Y. (2014). Adsorption of Pb(II) on mesoporous activated carbons fabricated from water hyacinth using H₃PO₄ activation: Adsorption capacity, kinetic and isotherm studies. *Applied Surface Science*, 293, 160-168.
- Ibrahim, H., Ammar, N., Soylak, M., & Ibrahim, M. (2012). Removal of Cd(II) and Pb(II) from aqueous solution using dried water hyacinth as a biosorbent. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 96, 413-420.
- Jomova, K., & Valko, M. (2011). Advances in metal-induced oxidative stress and human disease. *Toxicology*, 283(2-3), 65-87.
- Jones, J., Jenkins, R., & Haris, P. (2018). Extending the geographic reach of the water hyacinth plant in removal of heavy metals from a temperate Northern Hemisphere River. *Scientific Reports*, 8(1).
- Joseph, L., Jun, B., Flora, J., Park, C., & Yoon, Y. (2019). Removal of heavy metals from water sources in the developing world using low-cost materials: A review. *Chemosphere*, 229, 142-159.
- Kadirvelu, K. (2001). Adsorption of nickel(II) from aqueous solution onto activated carbon prepared from coirpith. *Separation And Purification Technology*, 24(3), 497-505.
- Kadirvelu, K., & Namasivayam, C. (2000). Agricultural By-Product as Metal Adsorbent: Sorption of Lead(II) from Aqueous Solution onto Coirpith Carbon. *Environmental Technology*, 21(10), 1091-1097.
- Kadirvelu, K., Kanmani, P., Senthilkumar, P., & Subburam, V. (2004). Separation of Mercury(II) from Aqueous Solution by Adsorption onto an Activated Carbon

- Prepared from Eichhornia Crassipes. *Adsorption Science & Technology*, 22(3), 207-222.
- Kang, S., Li, X., Fan, J., & Chang, J. (2012). Characterization of Hydrochars Produced by Hydrothermal Carbonization of Lignin, Cellulose, d-Xylose, and Wood Meal. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51(26), 9023–9031.
- Kang, S., Li, X., Fan, J., & Chang, J. (2012). Characterization of Hydrochars Produced by Hydrothermal Carbonization of Lignin, Cellulose, d-Xylose, and Wood Meal. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51(26), 9023–9031.
- Khan, T. A., Saud, A. S., Jamari, S. S., Rahim, M. H. A., Park, J. W., & Kim, H. J. (2019). Hydrothermal carbonization of lignocellulosic biomass for carbon rich material preparation: A review. *Biomass and Bioenergy*, 130, 105384.
- Khoramzadeh, E., Nasernejad, B., & Halladj, R. (2013). Mercury biosorption from aqueous solutions by Sugarcane Bagasse. *Journal Of The Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 44(2), 266-269.
- Klotz, Katrin., Weistenhöfer, Wobbeke., Drexler, Hans. (2013) Chapter 4, Determination of Cadmium in Biological Samples. In Astrid Sigel; Helmut Sigel and Roland K. O. Sigel Cadmium: From Toxicology to Essentiality. *Metal Ions in Life Sciences* 11; Springer pp. 85–98
- Komy, Z., Abdelraheem, W., & Ismail, N. (2013). Biosorption of Cu²⁺ by Eichhornia crassipes: Physicochemical characterization, biosorption modeling and mechanism. *Journal Of King Saud University - Science*, 25(1), 47-56.
- Köser, H., Siemers, W., & Stüven, U. (1983). Technical and economic assessment of charcoal and densified fuel from water hyacinths and cotton stalks. *Fuel Processing Technology*, 7(1), 23-42.
- Krämer-Schmid, M., Lund, P., & Weisbjerg, M. (2016). Importance of NDF digestibility of whole crop maize silage for dry matter intake and milk production in dairy cows. *Animal Feed Science and Technology*, 219, 68-76.

- Kurniawan, F., Wongso, M., Ayucitra, A., Soetaredjo, F., Angkawijaya, A., Ju, Y., & Ismadji, S. (2015). Carbon microsphere from water hyacinth for supercapacitor electrode. *Journal Of The Taiwan Institute Of Chemical Engineers*, 47, 197-201.
- Kyzas, G., Deliyanni, E., Mitropoulos, A., & Matis, K. (2018). Hydrothermally produced activated carbons from zero-cost green sources for cobalt ions removal. *DESALINATION AND WATER TREATMENT*, 123, 288-299.
- Lavado, C.; Sun Kou, M.; Bendezú, S. (2010). Adsorción de plomo de efluentes industriales usando carbones activados con H₃PO₄. *Rev. Soc. Quím. Perú.* 76(2):165-178. Disponible desde Internet en: <http://www.redalyc.org/pdf/3719/371937617008.pdf> (con acceso 25/07/2017).
- Leusch, A., Holan, Z., & Volesky, B. (1995). Biosorption of heavy metals (Cd, Cu, Ni, Pb, Zn) by chemically reinforced biomass of marine algae. *Journal Of Chemical Technology AND Biotechnology*, 62(3), 279-288.
- Leyva-Ramos, R. (2007). Importancia y aplicaciones de la adsorción en fase líquida: sólidos porosos, preparación, caracterización y aplicaciones. *Ediciones Universidad de los Andes*, Bogotá, Colombia.
- Leyva-Ramos, R. (2010). Fundamentos de adsorción en sistemas líquido-sólido. IBEROARSEN, Tecnologías económicas para el abatimiento de arsénico en aguas, *CYTED*, Argentina, Cap. 3, pp. 43-50.
- Lim, S., Zheng, Y., Zou, S., & Chen, J. (2008). Characterization of Copper Adsorption onto an Alginate Encapsulated Magnetic Sorbent by a Combined FT-IR, XPS, and Mathematical Modeling Study. *Environmental Science & Technology*, 42(7), 2551-2556.
- Lima, J., de Farias, D., Menezes, T., Oliveira, R., Silva, I., da Costa Cunha, G., & Romão, L. (2020). Potential of a magnetic hybrid material produced using water hyacinth (*Eichhornia crassipes*) for removal of inorganic and organic pollutants from aqueous media. *Journal Of Environmental Chemical Engineering*, 8(5), 104100.

- Liu, C., Ye, J., Lin, Y., Wu, J., Price, G., Burton, D., & Wang, Y. (2020). Removal of Cadmium (II) using water hyacinth (*Eichhornia crassipes*) biochar alginate beads in aqueous solutions. *Environmental Pollution*, 264, 114785.
- Low, K., Lee, C., & Leo, A. (1995). Removal of metals from electroplating wastes using banana pith. *Bioresource Technology*, 51(2-3), 227-231.
- Maine, M. A., Duarte, M. V., & Suñé, N. L. (2001). Cadmium uptake by floating macrophytes. *Water research*, 35(11), 2629-2634.
- Malik, A. (2007). Environmental challenge vis a vis opportunity: The case of water hyacinth. *Environment International*, 33(1), 122-138.
- Manna, S., Roy, D., Saha, P., & Adhikari, B. (2015). Defluoridation of aqueous solution using alkali–steam treated water hyacinth and elephant grass. *Journal Of The Taiwan Institute Of Chemical Engineers*, 50, 215-222.
- Martínez Jiménez, M., & Gómez Balandra, M. (2007). Integrated control of *Eichhornia crassipes* by using insects and plant pathogens in Mexico. *Crop Protection*, 26(8), 1234-1238.
- Martínez, M. (1979). *Catálogo de nombres vulgares y científicos de plantas mexicanas*. México: Fondo de Cultura Económica. Mexico, D.F., 1220, pp.
- Masri, M., Reuter, F., & Friedman, M. (1974). Binding of metal cations by natural substances. *Journal Of Applied Polymer Science*, 18(3), 675-681.
- McCabe, W., Smith, J. and Harriott, P. (1999). *Operaciones unitarias en ingeniería química*. (4ª ed.). España: McGraw-Hill.
- Medellín-Castillo, N., Hernández-Ramírez, M., Salazar-Rábago, J., Labrada-Delgado, G., & Aragón-Piña, A. (2017). BIOADSORCIÓN DE PLOMO (II) PRESENTE EN SOLUCIÓN ACUOSA SOBRE RESIDUOS DE FIBRAS NATURALES PROCEDENTES DE LA INDUSTRIA IXTLERA (Agave lechuguilla Torr. Y *Yucca carnerosana* (Trel.) McKelvey). *Revista Internacional De Contaminación Ambiental*, 33(2), 269-280.
- Meitei, M., & Prasad, M. (2013). Lead (II) and cadmium (II) biosorption on *Spirodela polyrhiza* (L.) Schleiden biomass. *Journal Of Environmental Chemical Engineering*, 1(3), 200-207.

- Memon, J., Memon, S., Bhangar, M., Memon, G., El-Turki, A., & Allen, G. (2008). Characterization of banana peel by scanning electron microscopy and FT-IR spectroscopy and its use for cadmium removal. *Colloids And Surfaces B: Biointerfaces*, 66(2), 260-265.
- Methacanon, P., Weerawatsophon, U., Sumransin, N., Prahsarn, C., & Bergado, D. (2010). Properties and potential application of the selected natural fibers as limited life geotextiles. *Carbohydrate Polymers*, 82(4), 1090-1096.
- Michalak, I., Mironiuk, M., & Marycz, K. (2018). A comprehensive analysis of biosorption of metal ions by macroalgae using ICP-OES, SEM-EDX and FTIR techniques. *PLOS ONE*, 13(10), e0205590.
- Miretzky, P., Saralegui, A., & Cirelli, A. F. (2006). Simultaneous heavy metal removal mechanism by dead macrophytes. *Chemosphere*, 62(2), 247-254.
- Moghadam, M., Nasirizadeh, N., Dashti, Z., & Babanezhad, E. (2013). Removal of Fe(II) from aqueous solution using pomegranate peel carbon: equilibrium and kinetic studies. *International Journal Of Industrial Chemistry*, 4(1), 19.
- Mohan, D., Abhishek, K., Sarswat, A., Patel, M., Singh, P., & Pittman, C. (2018). Biochar production and applications in soil fertility and carbon sequestration – a sustainable solution to crop-residue burning in India. *RSC Advances*, 8(1), 508-520.
- Murphy, V., Hughes, H., & McLoughlin, P. (2007). Cu(II) binding by dried biomass of red, green, and brown macroalgae. *Water Research*, 41(4), 731-740.
- Mursito, A. T., Hirajima, T., & Sasaki, K. (2010). Upgrading and dewatering of raw tropical peat by hydrothermal treatment. *Fuel*, 89(3), 635–641.
- Neris, J., Luzardo, F., Santos, P., de Almeida, O., & Velasco, F. (2019). Evaluation of single and tri-element adsorption of Pb²⁺, Ni²⁺ and Zn²⁺ ions in aqueous solution on modified water hyacinth (*Eichhornia crassipes*) fibers. *Journal Of Environmental Chemical Engineering*, 7(1), 102885.
- Netai, M., Jameson, K., & Mark, F. (2015). Thermodynamic parameters for the adsorption of volatile n-alkane hydrocarbons on water hyacinth (*Eichhornia crassipes*) root biomass: Effect of organic solvent and mineral acid

- treatment. *African Journal Of Environmental Science and Technology*, 9(3), 282-291.
- Nigam, J. (2002). Bioconversion of water-hyacinth (*Eichhornia crassipes*) hemicellulose acid hydrolysate to motor fuel ethanol by xylose-fermenting yeast. *Journal Of Biotechnology*, 97(2), 107-116.
- Novelo, A., & Ramos, L. (1998). Pontederiaceae: Flora Del Bajío Y De Regiones Adyacentes. Instituto de Biología, UNAM. México, D.F, 63rd ed., pp. 1-6
- Oliveira, R., Guibal, E., & Garcia, O. (2012). Biosorption and desorption of lanthanum(III) and neodymium(III) in fixed-bed columns with *Sargassum* sp.: Perspectives for separation of rare earth metals. *Biotechnology Progress*, 28(3), 715-722.
- Owens, Chetta & Madsen, John. (1995). Low Temperature Limits of Water hyacinth. *Journal of Aquatic Plant Management*. 33: 63-68
- Özer, A., & Pirinççi, H. (2006). The adsorption of Cd(II) ions on sulphuric acid-treated wheat bran. *Journal Of Hazardous Materials*, 137(2), 849-855.
- Paduraru, C., Tofan, L., Teodosiu, C., Bunia, I., Tudorachi, N., & Toma, O. (2015). Biosorption of zinc(II) on rapeseed waste: Equilibrium studies and thermogravimetric investigations. *Process Safety And Environmental Protection*, 94, 18-28.
- Pakutsah, K., & Aht-Ong, D. (2020). Facile isolation of cellulose nanofibers from water hyacinth using water-based mechanical defibrillation: Insights into morphological, physical, and rheological properties. *International Journal Of Biological Macromolecules*, 145, 64-76.
- Pandey, D., Daverey, A., & Arunachalam, K. (2020). Biochar: Production, properties, and emerging role as a support for enzyme immobilization. *Journal Of Cleaner Production*, 255, 120267.
- Parab, H., Joshi, S., Shenoy, N., Lali, A., Sarma, U., & Sudersanan, M. (2006). Determination of kinetic and equilibrium parameters of the batch adsorption of Co(II), Cr(III) and Ni(II) onto coir pith. *Process Biochemistry*, 41(3), 609-615.

- Pavlovič, I., Knez, E., & Škerget, M. (2013). Hydrothermal Reactions of Agricultural and Food Processing Wastes in Sub- and Supercritical Water: A Review of Fundamentals, Mechanisms, and State of Research. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(34), 8003–8025.
- Pereira, F., Gurgel, L., & Gil, L. (2010). Removal of Zn²⁺ from aqueous single metal solutions and electroplating wastewater with wood sawdust and sugarcane bagasse modified with EDTA dianhydride (EDTAD). *Journal Of Hazardous Materials*, 176(1-3), 856-863.
- Pinzón, M. y Vera, L. (2009). Modelamiento de la cinética de bioadsorción de Cr(III) usando cáscara de naranja. *Dyna*. 76:95-106.
- Poddar, K., Mandal, L., Banerjee, G.C., (1991). Studies on water hyacinth (*Eichhornia crassipes*) – Chemical composition of the plant and water from different habitats. *Indian Veterinary Journal* 68, 833–837.
- Prabakaran, K., Li, J., Anandkumar, A., Leng, Z., Zou, C., & Du, D. (2019). Managing environmental contamination through phytoremediation by invasive plants: A review. *Ecological Engineering*, 138, 28-37.
- Quispe Baldeón, L., Arias Chavez, J., Martinez Suarez, C., & Cruz Huaranga, M. (2017). Eficiencia de la especie macrófita *Eichhornia crassipes* (Jacinto de agua) para la remoción de parámetros fisicoquímicos, metal pesado (Pb) y la evaluación de su crecimiento en función al tiempo y adopción al medio en una laguna experimental. *Revista De Investigación Ciencia, Tecnología Y Desarrollo*, 3(1).
- Rajamohan, N., & Rajasimman, M. (2015). Biosorption of Selenium using activated plant-based sorbent – Effect of variables, isotherm, and kinetic modeling. *Biocatalysis And Agricultural Biotechnology*, 4(4), 795-800.
- Ramil Rego, P., Rubinos Román, M., Gómez-Orellana, L., Hinojo Sánchez, B., & Rodríguez, P. (2014). *Eichhornia crassipes* (Mart) Solms en el Parque Nacional Marítimo-Terrestre das Illas Atlánticas de Galicia como resultado de un transporte por mar a larga distancia. *Recursos Rurais*, 10, pp. 15-24. Recuperado de <http://www.usc.es/revistas/index.php/rr/article/view/3319>

- Randall, J., Hautala, E., & McDonald, G. (1978). Binding of heavy metal ions by formaldehyde-polymerized peanut skins. *Journal Of Applied Polymer Science*, 22(2), 379-387.
- Reales-Alfaro, J. G., Trujillo, L. T., Arzuaga, G., Castaño, H. & Polo, A. (2013). Acid hydrolysis of water hyacinth to obtain fermentable sugars. *CT&F - Ciencia, Tecnología y Futuro*, 5(2), 101-112.
- Reddy, N., & Yang, Y. (2005). Biofibers from agricultural byproducts for industrial applications. *Trends In Biotechnology*, 23(1), 22-27.
- Regkouzas, P., & Diamadopoulou, E. (2019). Adsorption of selected organic micro-pollutants on sewage sludge biochar. *Chemosphere*, 224, 840-851.
- Regmi, P., Garcia Moscoso, J., Kumar, S., Cao, X., Mao, J., & Schafran, G. (2012). Removal of copper and cadmium from aqueous solution using switchgrass biochar produced via hydrothermal carbonization process. *Journal Of Environmental Management*, 109, 61-69.
- Reyes, Y.C., Vergara, I., Torres, O.E., Díaz-Lagos, M., & González, E.E. (2016). Contaminación por metales pesados: Implicaciones en salud, ambiente y seguridad alimentaria. *Revista Ingeniería Investigación y Desarrollo*, 16 (2), pp. 66-77
- Rezania, S., Ponraj, M., Din, M., Songip, A., Sairan, F., & Chelliapan, S. (2015). The diverse applications of water hyacinth with focus on sustainable energy and production for new era: An overview. *Renewable And Sustainable Energy Reviews*, 41, 943-954.
- Rezania, S., Ponraj, M., Talaiekhosani, A., Mohamad, S., Md Din, M., & Taib, S. et al. (2015). Perspectives of phytoremediation using water hyacinth for removal of heavy metals, organic and inorganic pollutants in wastewater. *Journal Of Environmental Management*, 163, 125-133.
- Rojas-Sandoval, J., & Acevedo-Rodríguez, P. (2019). *Eichhornia crassipes* (water hyacinth). Retrieved 1 October 2019, from <https://www.cabi.org/isc/datasheet/20544#tonotesOnTaxonomyAndNomenclature>

- Román, S., Ledesma, B., Álvarez, A., Coronella, C., & Qaramaleki, S. (2020). Suitability of hydrothermal carbonization to convert water hyacinth to added-value products. *Renewable Energy*, 146, 1649–1658. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.07.157>
- Ronix, A., Pezoti, O., Souza, L., Souza, I., Bedin, K., & Souza, P. et al. (2017). Hydrothermal carbonization of coffee husk: Optimization of experimental parameters and adsorption of methylene blue dye. *Journal Of Environmental Chemical Engineering*, 5(5), 4841-4849.
- Rouse Jr., RH Hass, JA Schell, DW Deering, (1974). Monitoreo de sistemas de vegetación en las Grandes Llanuras con ERTS. RS Center, Universidad Texas A & M, College Station, Texas. Papel A 20
- Ruan, T., Zeng, R., Yin, X., Zhang, S., & Yang, Z. (2016). Water Hyacinth (*Eichhornia crassipes*) Biomass as a Biofuel Feedstock by Enzymatic Hydrolysis. *Bioresources*, 11(1).
- Sabio, E., Álvarez-Murillo, A., Román, S., & Ledesma, B. (2016). Conversion of tomato-peel waste into solid fuel by hydrothermal carbonization: Influence of the processing variables. *Waste Management*, 47, 122–132.
- Sahoo, D., Awasthi, A., Dhyani, V., Biswas, B., Kumar, J., & Reddy, Y. et al. (2019). Value-addition of water hyacinth and para grass through pyrolysis and hydrothermal liquefaction. *Carbon Resources Conversion*, 2(3), 233-241. doi: 10.1016/j.crcon.2019.08.001
- Sahoo, D., Ummalya, S. B., Okram, A. K., Sukumaran, R. K., George, E., & Pandey, A. (2017). Potential of *Brachiaria mutica* (Para grass) for bioethanol production from Loktak Lake. *Bioresource technology*, 242, 133-138.
- Salazar-Rábago, J.J. (2011). Biosorción de metales pesados sobre aserrín de madera (*Pinus Halepensis*) natural y modificado. *Tesis de Maestría*. Universidad Autónoma de San Luis Potosí. México.
- Saning, A., Herou, S., Dechtrirat, D., Ieosakulrat, C., Pakawatpanurut, P., Kaowphong, S., Thanachayanont, C., Titirici, M. M., & Chuenchom, L. (2019). Green and sustainable zero-waste conversion of water hyacinth

- (*Eichhornia crassipes*) into superior magnetic carbon composite adsorbents and supercapacitor electrodes. *RSC Advances*, 9(42), 24248–24258. <https://doi.org/10.1039/c9ra03873f>
- Santos Santana, M., Pereira Alves, R., da Silva Borges, W., Francisquini, E., & Guerreiro, M. (2020). Hydrochar production from defective coffee beans by hydrothermal carbonization. *Bioresource Technology*, 300, 122653.
- SANZ ELORZA M., DANA SÁNCHEZ E.D. & SOBRINO VESPERINAS E. (2004). Atlas de las Plantas Alóctonas Invasoras en España. Dirección General para la Biodiversidad. Madrid, 384 pp.
- Sarkar, M., Rahman, A., & Bhounik, N. (2017). Remediation of chromium and copper on water hyacinth (*E. crassipes*) shoot powder. *Water Resources and Industry*, 17, 1-6.
- Sato, Haruo. (1988). The growth analysis of water hyacinth, *Eichhornia crassipes* solms, in different water temperature conditions. *Ecological Research - ECOL RES.* 3. 131-144.
- Saul, W., Roy, H., Booy, O., Carnevali, L., Chen, H., & Genovesi, P. et al. (2016). Assessing patterns in introduction pathways of alien species by linking major invasion data bases. *Journal Of Applied Ecology*, 54(2), 657-669.
- Schmitz, D. C., Scharadt, J. D., Leslie, A. J., Dray Jr, F. A., Osborne, J. A., & Nelson, B. V. (1993). The ecological impact and management history of three invasive alien aquatic plant species in Florida. In *Biological pollution: the control and impact of invasive exotic species. Proceedings of a symposium held at Indianapolis, Indiana, USA, 25-26 October 1991.* (pp. 173-194). Indiana Academy of Science.
- Schneider, I. A. H., & Rubio, J. (1999). Sorption of heavy metal ions by the nonliving biomass of freshwater macrophytes. *Environmental science & technology*, 33(13), 2213-2217.
- Segovia-Sandoval, S., Ocampo-Pérez, R., Berber-Mendoza, M., Leyva-Ramos, R., Jacobo-Azuara, A., & Medellín-Castillo, N. (2018). Walnut shell treated with citric acid and its application as biosorbent in the removal of Zn(II). *Journal Of Water Process Engineering*, 25, 45-53.

- Sha, L., Xueyi, G., Ningchuan, F., & Qinghua, T. (2009). Adsorption of Cu²⁺ and Cd²⁺ from aqueous solution by mercapto-acetic acid modified orange peel. *Colloids And Surfaces B: Biointerfaces*, 73(1), 10-14.
- Shanab, S., Shalaby, E., Lightfoot, D., & El-Shemy, H. (2010). Allelopathic Effects of Water Hyacinth [*Eichhornia crassipes*]. *Plos ONE*, 5(10), e13200.
- Sharma, A., & Aggarwal, N. (2020). Water Hyacinth: An Environmental Concern or a Sustainable Lignocellulosic Substrate. *Water Hyacinth: A Potential Lignocellulosic Biomass For Bioethanol*, 11-19.
- Sheng, P.X., Ting, Y.T., Chen, J.P., Hong, L., 2004. Sorption of lead, copper, cadmium, zinc, and nickel by marine algal biomass: characterization of biosorptive capacity and investigation of mechanisms. *J. Colloid Interface Sci.* 275, 131–141.
- Shroff, K. and Vaidya, V. (2011). Kinetics and equilibrium studies on biosorption of nickel from aqueous solution by dead fungal biomass of *Mucor hiemalis*. *Chemical Engineering Journal*. 171:1234-1245.
- Shukla, S., & Pai, R. (2005). Adsorption of Cu(II), Ni(II) and Zn(II) on modified jute fibres. *Bioresource Technology*, 96(13), 1430-1438.
- Sindhu, R., Binod, P., Pandey, A., Madhavan, A., Alphonsa, J., & Vivek, N. et al. (2017). Water hyacinth a potential source for value addition: An overview. *Bioresource Technology*, 230, 152-162.
- Sing, K. (1982). Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Provisional). *Pure and Applied Chemistry*, 54(11), pp.2201-2218.
- Singha, A., & Guleria, A. (2014). Chemical modification of cellulosic biopolymer and its use in removal of heavy metal ions from wastewater. *International Journal Of Biological Macromolecules*, 67, 409-417.
- Soenjaya, S., Handoyo, N., Edi Soetaredjo, F., Angkawijaya, A., Ju, Y., & Ismadji, S. (2014). Preparation of carbon fiber from water hyacinth liquid tar. *International Journal Of Industrial Chemistry*, 6(1), 1-7.

- Sreejalekshmi, K., Krishnan, K., & Anirudhan, T. (2009). Adsorption of Pb(II) and Pb(II)-citric acid on sawdust activated carbon: Kinetic and equilibrium isotherm studies. *Journal Of Hazardous Materials*, 161(2-3), 1506-1513.
- Srivastava, S., Singh, A., & Sharma, A. (1994). Studies on the uptake of lead and zinc by lignin obtained from black liquor – a paper industry waste material. *Environmental Technology*, 15(4), 353-361.
- Sud, D., Mahajan, G., & Kaur, M. (2008). Agricultural waste material as potential adsorbent for sequestering heavy metal ions from aqueous solutions – A review. *Bioresource Technology*, 99(14), 6017-6027.
- Titirici, M. M., White, R. J., Brun, N., Budarin, V. L., Su, D. S., del Monte, F., Clark, J. H., & MacLachlan, M. J. (2015). Sustainable carbon materials. *Chemical Society Reviews*, 44(1), 250–290.
- Torres, E., Mata, Y., Blázquez, M., Muñoz, J., González, F., & Ballester, A. (2005). Gold and Silver Uptake and Nanoprecipitation on Calcium Alginate Beads. *Langmuir*, 21(17), 7951-7958.
- Treybal, R. (1985). Operaciones de transferencia de masa. (2a ed.). México: McGraw-Hill.
- USGS Science for a changing world. (2020). *EarthExplorer*. Servicio Geológico de Los Estados Unidos. <https://earthexplorer.usgs.gov/>
- Van Soets, P. J. (1993). Use Of Detergents In The Análisis Of Fibrous Feeds. II. A Rapid Method For The Determination Of Fiber And Lignin. *Journal Assoc. Of Analysis Chem*; (46). 23, 829-835
- Van Soets, P. J. (1998). Forage Fiber Analysis. Determination Of Lignin And Cellulose In Acid Detergent Fiber With Permanganate. *Journal Assoc. Of Analysis Chem*; (51). 24, 780-785.
- Vargas, M., Cabañas, D., Gamboa, M. y Domínguez, X. (2009). Evaluación del proceso de biosorción con cáscaras de naranja para la eliminación del colorante comercial Lanazol Navy CE en aguas residuales de la industria textil. *Ingeniería Revista Académica*. 13:39-43.

- Velazquez-Jimenez, L., Pavlick, A., & Rangel-Mendez, J. (2013). Chemical characterization of raw and treated agave bagasse and its potential as adsorbent of metal cations from water. *Industrial Crops And Products*, 43, 200-206.
- Vélez, F., Aguirre, N., González, E., Osorio, Y., Marín, N., & Atehortua, E. (2014). Caracterización de plantas acuáticas y material vegetal para el desarrollo de un biocombustible sólido. *Revista Colombiana de Materiales*, (5), 152-157.
- Verla, A. W., Verla, E. N., Amaobi, C. E., & Enyoh, C. E. (2018). Water pollution scenario at river Uramurukwa flowing through Owerri metropolis, Imo state, Nigeria. *International Journal of Applied Scientific Research (IJASR)*, 3(3), 40-46.
- Verma, B., & Shukla, N. P. (2000). Removal of Nickel (II) from electroplating industry effluent by agrowaste carbons. *Indian Journal of Environmental Health*, 42(4), 145-150.
- Vieira, R. H., & Volesky, B. (2000). Biosorption: a solution to pollution? *International microbiology*, 3(1), 17-24.
- Vizcaíno Mendoza, L., Fuentes Molina, N. (2015). Biosorción de Cd, Pb y Zn por biomasa pretartada de algas rojas, cáscara de naranja y tuna. *Ciencia e Ingeniería Neogranadina*, 25 (1), pp. 43 – 60
- Vizcaíno Mendoza, L., Fuentes Molina, N., & Gonzales Fragozo, H. (2017). ADSORCIÓN DE PLOMO (II) EN SOLUCIÓN ACUOSA CON TALLOS Y HOJAS DE *Eichhornia crassipes*. *Rev. U.D.C.A Actual. Divulg. Cient* ; 20(2): 435-444
- Volesky, B. (1990). Removal and recovery of heavy metals by biosorption. In: Volesky B, editor. *Biosorption of Heavy Metals*. Boca.Ration, FL: CRC Press. pp. 7-43.
- Volpe, M., Messineo, A., Mäkelä, M., Barr, M., Volpe, R., Corrado, C., & Fiori, L. (2020). Reactivity of cellulose during hydrothermal carbonization of lignocellulosic biomass. *Fuel Processing Technology*, 206, 106456.

- Wan Ngah, W., & Hanafiah, M. (2008). Removal of heavy metal ions from wastewater by chemically modified plant wastes as adsorbents: A review. *Bioresource Technology*, 99(10), 3935-3948.
- Wang, H., Gao, B., Wang, S., Fang, J., Xue, Y., & Yang, K. (2015). Removal of Pb(II), Cu(II), and Cd(II) from aqueous solutions by biochar derived from KMnO₄ treated hickory wood. *Bioresource Technology*, 197, 356-362.
- Wang, J., & Chen, C. (2009). Biosorbents for heavy metals removal and their future. *Biotechnology Advances*, 27(2), 195-226.
- Wang, T., Zhai, Y., Zhu, Y., Li, C., & Zeng, G. (2018). A review of the hydrothermal carbonization of biomass waste for hydrochar formation: Process conditions, fundamentals, and physicochemical properties. *Renewable And Sustainable Energy Reviews*, 90, 223-247.
- Waqas, M., Aburizaiza, A., Miandad, R., Rehan, M., Barakat, M., & Nizami, A. (2018). Development of biochar as fuel and catalyst in energy recovery technologies. *Journal Of Cleaner Production*, 188, 477-488.
- Wasewar, K., Atif, M., Prasad, B., & Mishra, I. (2009). Batch adsorption of zinc on tea factory waste. *Desalination*, 244(1-3), 66-71.
- Wauton, I., & William-Ebi, D. (2019). Characterization of water hyacinth (*Eichhornia Crassipes*) to produce thermochemical fuels. *Journal of Multidisciplinary Engineering Science Studies (JMESS)*, 5(7), 2661-65.
- Weber, W. J., 1972, "Physicochemical Processes for Water Quality Control", Wiley - Interscience Publication, New York.
- Weiss, W.P. 2000. Nutrition and management of periparturient cows. In: Curso de Nutrición de Ganado Lechero. LANCE. 5 p.
- West, J.W.; Hill, G.M.; Fernández, J.M.; Mandebvu, P.; Mullinix, B.G. 1999. Effects of dietary fiber intake, milk yield, and digestion by lactating dairy cows during cool or hot, humid weather. *J. of Dairy Sci.* 82:2455-2565.
- Wichelns, D., Drechsel, P., & Qadir, M. (2015). Wastewater: Economic asset in an urbanizing world. In *Wastewater* (pp. 3-14). Springer, Dordrecht.
- Wilson, J., Holst, N., & Rees, M. (2005). Determinants and patterns of population growth in water hyacinth. *Aquatic Botany*, 81(1), 51-67.

- Wong, K., Lee, C., Low, K., & Haron, M. (2003). Removal of Cu and Pb from electroplating wastewater using tartaric acid modified rice husk. *Process Biochemistry*, 39(4), 437-445.
- Xu, Y., Liu, Y., Liu, S., Tan, X., Zeng, G., & Zeng, W. et al. (2016). Enhanced adsorption of methylene blue by citric acid modification of biochar derived from water hyacinth (*Eichornia crassipes*). *Environmental Science And Pollution Research*, 23(23), 23606-23618.
- Xue, Y., Gao, B., Yao, Y., Inyang, M., Zhang, M., Zimmerman, A., & Ro, K. (2012). Hydrogen peroxide modification enhances the ability of biochar (hydrochar) produced from hydrothermal carbonization of peanut hull to remove aqueous heavy metals: Batch and column tests. *Chemical Engineering Journal*, 200-202, 673-680.
- Yao, Z., Ma, X. (2018). Characteristics of co-hydrothermal carbonization on polyvinyl chloride wastes with bamboo. *Bioresource Technology*, 247, 302-309.
- Yi, Z., Yao, J., Chen, H., Wang, F., Yuan, Z., & Liu, X. (2016). Uranium biosorption from aqueous solution onto *Eichornia crassipes*. *Journal Of Environmental Radioactivity*, 154, 43-51.
- Yu, J., Jiang, C., Guan, Q., Ning, P., Gu, J., & Chen, Q. et al. (2018). Enhanced removal of Cr(VI) from aqueous solution by supported ZnO nanoparticles on biochar derived from wastewater hyacinth. *Chemosphere*, 195, 632-640.
- Zabihi, M., Ahmadpour, A., & Asl, A. (2009). Removal of mercury from water by carbonaceous sorbents derived from walnut shell. *Journal Of Hazardous Materials*, 167(1-3), 230-236.
- Zhang, C., Ma, X., Chen, X., Tian, Y., Zhou, Y., Lu, X. and Huang, T., (2020a). Conversion of water hyacinth to value-added fuel via hydrothermal carbonization. *Energy*, 197, p.117193.
- Zhang, C., Ma, X., Huang, T., Zhou, Y. and Tian, Y., (2020b). Co-hydrothermal carbonization of water hyacinth and polyvinyl chloride: Optimization of process parameters and characterization of hydrochar. *Bioresource Technology*, 314, p.123676.

- Zhang, F., Wang, X., Yin, D., Peng, B., Tan, C., & Liu, Y. et al. (2015). Efficiency and mechanisms of Cd removal from aqueous solution by biochar derived from water hyacinth (*Eichornia crassipes*). *Journal of Environmental Management*, 153, 68-73.
- Zhang, M., Liu, Y., Li, T., Xu, W., Zheng, B., & Tan, X. et al. (2015). Chitosan modification of magnetic biochar produced from *Eichornia crassipes* for enhanced sorption of Cr(vi) from aqueous solution. *RSC Advances*, 5(58), 46955-46964.
- Zheng, J., Feng, H., Lam, M., Lam, P., Ding, Y., & Yu, H. (2009). Removal of Cu(II) in aqueous media by biosorption using water hyacinth roots as a biosorbent material. *Journal Of Hazardous Materials*, 171(1-3), 780-785.