Universidad Autónoma de San Luis Potosí

Facultad de Ingeniería

Centro de Investigación y Estudios de Posgrado

Síntesis de adsorbentes a partir de materiales lignocelulósicos para remoción de fluoruro en el agua

T E S I S

Que para obtener el grado de:

MAESTRA EN TECNOLOGÍA Y GESTIÓN DEL AGUA

Presenta:

ING. DANIELA IRURZO BANDA

Asesor:

DR. NAHUM ANDRÉS MEDELLÍN CASTILLO

San Luis Potosí, S.L.P., México

29 de septiembre de 2026

UASLP
Universidad Autónoma de San Luis Potosí

FACULTAD DE INGENIERÍA

16 de julio de 2026

ING. DANIELA IRURZO BANDA
P R E S E N T E.

En atención a su solicitud de Temario, presentada por el **Dr. Nahúm Andrés Medellín Castillo,** *Asesor del Trabajo de Tesis* que desarrollará Usted, con el objeto de obtener el Grado de **Maestra en Tecnología y Gestión del Agua**. Me es grato comunicarle que en la sesión del H. Consejo Técnico Consultivo celebrada el día 16 de julio del presente, fue aprobado el Temario propuesto:

TEMARIO:

"Síntesis de adsorbentes a partir de materiales lignocelulósicos para remoción de fluoruro en el agua"

Introducción.
I. Antecedentes sobre la problemática de contaminación por fluoruro y métodos de remoción.
II. Síntesis de materiales modificados a partir lirio acuático para la remoción de contaminantes.
III. Síntesis de carbón activado a partir de lirio acuático para la remoción de contaminantes.
Conclusiones.
Referencias.

"MODOS ET CUNCTARUM RERUM MENSURAS AUDEBO"

A T E N T A M E N T E

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE SAN LUIS POTOSI
FACULTAD DE INGENIERIA
DIRECCION

DR. EMILIO JORGE GONZALEZ GALVÁN
DIRECTOR

Ccp. Archivo
-bvlg

www.uaslp.mx

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

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ
FACULTAD DE INGENIERÍA
Área de Investigación y Estudios de Posgrado

D E C L A R A C I Ó N

El presente trabajo que lleva por título:

Síntesis de adsorbentes a partir de materiales lignocelulósicos para remoción de fluoruro en el agua

se realizó en el periodo septiembre de 2023 a agosto de 2026 bajo la dirección del Dr. Nahúm Andrés Medellín Castillo

Originalidad

Por este medio aseguro que he realizado el trabajo reportado, y la escritura de este documento de **tesis** para fines académicos sin ayuda indebida de terceros y sin utilizar otros medios más que los indicados.

Las referencias e información tomadas directa o indirectamente de otras fuentes se han definido en el texto como tales y se ha dado el debido crédito a las mismas.

El autor exime a la UASLP de las opiniones vertidas en este trabajo escrito y asume la responsabilidad total del mismo.

Este trabajo no ha sido sometido como tesis o trabajo terminal a ninguna otra institución nacional o internacional en forma parcial o total, exceptuando el caso cuando existe un convenio específico de doble titulación celebrado entre ambas instituciones.

Se autoriza a la UASLP para que divulgue este documento para fines académicos.

El autor del trabajo escrito, Daniela Irurzo Banda

AGRADECIMIENTOS INSTITUCIONALES

PROYECTO REALIZADO EN:

Laboratorio de Investigación en Tratamiento de Aguas Residuales de la Facultad de Ingeniería

CON FINANCIAMIENTO DE:

Consejo Potosino de Ciencia y Tecnología (COPOCYT)

A TRAVÉS DEL PROYECTO:

Fideicomiso 23871 Multas Electorales. Convocatoria 2023-01 Aprovechamiento de biomasas de especies invasoras presentes en el estado de San Luis Potosí para su empleo como materiales en la remoción de contaminantes presentes en el agua y en la elaboración de insumos agrícolas

AGRADECIMIENTO 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 Potosino de Investigación Científica y Tecnológica

Laboratorio Nacional de Investigaciones en Nanociencias y Nanotecnología

Consejo Potosino de Ciencia y Tecnología

Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación

CVU: 1132827

AGRADECIMIENTOS POR APOYO TÉCNICO

Al Dr. Nahum Andrés Medellín Castillo por su dirección y asesoría a lo largo del proyecto, por sus conocimientos como docente y como director de tesis, y su compromiso, motivación y dedicación en cada etapa.

Al Dr. Alfredo Israel Flores Rojas por su acompañamiento y apoyo técnico en el laboratorio de Tratamiento de Aguas Residuales, así como sus conocimientos y consejos para la realización del presente trabajo.

A la Dra. Gladis Judith Labrada Delgado por su retroalimentación en el proyecto y el apoyo en el Laboratorio Nacional de Investigaciones en Nanociencias y Nanotecnología, por facilitarme el uso de las instalaciones y por su apoyo técnico en la obtención de los análisis SEM-EDS.

A la Dra. María Selene Berber Mendoza por sus conocimientos, apoyo y acompañamiento a lo largo de mi formación académica, y por permitirme hacer uso del Laboratorio de Ciencias Ambientales I para los análisis FTIR con apoyo de la M.E. Erika Judith Victorino Hernández.

Al Dr. Roberto Leyva Ramos y a la Dra. Damarys Haidee Carrales Alvarado por su disposición y apoyo en los análisis de fisisorción de N_2.

Al Dr. Jaime Reyes Hernández por capacitarme y permitirme hacer uso del laboratorio de bromatología para el análisis termogravimétrico (TGA).

AGRADECIMIENTOS PERSONALES

A mi familia, amigas y a mi novio por apoyarme y motivarme siempre a sacar lo mejor de mí. Por darme las herramientas para estar aquí el día de hoy. Hacerlos orgullosos es uno de mis motores de vida.

A mi asesor, el Dr. Nahum, por acompañarme a lo largo de todo este proceso, impulsarme y no dejarme abandonar este reto. Por todo lo que me enseñó dentro y fuera de lo académico y por ser un gran ejemplo de trabajo y esfuerzo.

A mis compañeros del Laboratorio de Tratamiento de Aguas Residuales, a lo largo de mi paso por él: Alfredo, Hilda, Claudia, Diana, Sergio, Adrián, Sue, Shirley, Karla, por el apoyo mutuo, las enseñanzas los unos a los otros, las risas, los festejos, los regaños, pero sobre todo la gran compañía.

A mi compañera Mariana por haber vivido todo este proceso conmigo, compartiendo clases, tareas, experimentos, risas, quejas, enojos, frustraciones y logros.

A mis compañeros de la MTyGA por haberme permitido compartir con ustedes esta etapa, aprendí mucho de cada uno de ustedes y siempre los voy a recordar con mucho cariño.

A todas las mujeres en la ciencia y la ingeniería, a lo largo de la historia hasta el día de hoy, por quienes siento gran gratitud y admiración. Gracias por abrir los caminos que me permiten hoy estar aquí y por seguir inspirando y motivando a las nuevas generaciones de mujeres a cambiar el mundo.

ÍNDICE

ÍNDICE DE TABLAS VIII

ÍNDICE DE FIGURAS IX

RESUMEN XI

INTRODUCCIÓN 1

1. ANTECEDENTES SOBRE LA PROBLEMÁTICA DE CONTAMINACIÓN POR FLUORURO Y MÉTODOS DE REMOCIÓN 4

1.1 Situación general del agua a nivel mundial 4
1.2 Situación general del agua en México y San Luis Potosí 5
1.2.1 Contaminación y calidad del agua en México y San Luis Potosí 7
1.3 Fluoruro 8
1.3.1 Fuentes naturales y antropogénicas 9
1.3.2 Efectos a la salud 10
1.3.3 Efectos al ambiente 12
1.3.4 Legislación 12
1.3.5 Presencia en México y San Luis Potosí 13
1.4 Métodos de remoción de fluoruro en agua 14
1.4.1 Adsorción para la remoción de fluoruro en agua 16
1.5 Adsorción 18
1.5.1 Factores que influyen en la adsorción 19
1.5.2 Isotermas de adsorción 21
1.5.3 Materiales adsorbentes 23
1.5.4 Materiales lignocelulósicos como precursores de materiales adsorbentes 23
1.5.5 Carbones activados y carbones activados modificados como materiales adsorbentes 26
1.5.6 Melamina y cerio como agentes modificantes 28
1.6 Lirio Acuático 32
1.6.1 Origen y distribución 32
1.6.2 Composición 34

1.6.3 Problemática del lirio acuático 36
1.6.4 Aprovechamiento del lirio en el tratamiento de agua..... 38

2. SÍNTESIS DE MATERIALES MODIFICADOS A PARTIR DE LIRIO ACUÁTICO PARA LA REMOCIÓN DE CONTAMINANTES 39

2.1 Introducción..... 39
2.2 Materiales y Métodos 40
2.2.1 Obtención de materia prima 40
2.2.2 Síntesis de materiales adsorbentes 44
2.2.2.1 Modificación química con cerio 46
2.2.2.2 Modificación con melamina..... 48
2.2.3 Equilibrio de adsorción de fluoruro sobre materiales adsorbentes..... 51
2.2.3.1 Isotermas de adsorción..... 53
2.2.3.2 Determinación de fluoruro en solución acuosa 53
2.2.4 Caracterización de los materiales adsorbentes 55
2.2.4.1 Fisisorción con nitrógeno 55
2.2.4.2 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) 59
2.2.4.3 Microscopía Electrónica de Barrido y de Energía Dispersiva (SEM-EDS)60
2.2.4.4 TGA 61
2.3 Resultados y Discusión 62
2.3.1 Equilibrio de adsorción de fluoruro sobre materiales adsorbentes..... 62
2.3.1.1 Efecto del pH y concentración y temperatura de síntesis. 63
2.3.1.2 Isotermas de Adsorción 66
2.3.2 Caracterización de los materiales 68
2.3.2.1 Fisisorción con nitrógeno 68
2.3.2.2 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) 72
2.3.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopía de Energía Dispersiva (SEM - EDS) 77
2.3.2.4 Análisis Termogravimétrico (TGA)..... 89
2.3.3 Mecanismo de adsorción 93
Conclusiones..... 101

3. SÍNTESIS DE CARBÓN ACTIVADO A PARTIR DE LIRIO ACUÁTICO PARA LA REMOCIÓN DE CONTAMINANTES 103

3.1 Introducción 103
3.2 Materiales y Métodos 105
3.2.1 Obtención de materia prima 105
3.2.2 Síntesis de carbón activado 105
3.2.3 Modificación de carbón activado 107
3.2.3.1 Modificación química con cerio 107
3.2.3.2 Modificación química con melamina 108
3.2.4 Equilibrio de adsorción de fluoruro sobre carbón activado 109
3.2.4.1 Isotermas de adsorción 110
3.2.4.2 Determinación de fluoruro en solución acuosa 110
3.2.5 Caracterización de los carbones activados 110
3.2.5.1 Fisisorción con nitrógeno 111
3.2.5.2 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) 111
3.2.5.3 Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopía de Energía Dispersiva (SEM-EDS) 112
3.3 Resultados y Discusión 112
3.3.1 Equilibrio de adsorción de fluoruro sobre carbón activado 112
3.3.1.1 Isotermas de adsorción 115
3.3.2 Caracterización de los materiales 117
3.3.2.1 Fisisorción con nitrógeno 117
3.3.2.2 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) 120
3.3.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopía de Energía Dispersiva (SEM-EDS) 123
3.3.3 Mecanismo de adsorción 130
3.4 Conclusiones 133

CONCLUSIONES 135

REFERENCIAS 137

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Límites máximos permisibles de fluoruro en agua para consumo humano. 13

Tabla 1.2 Métodos de remoción de fluoruro en agua. 15

Tabla 1.3 Distintos materiales adsorbentes para la remoción de fluoruro del agua. 16

Tabla 1.4 Materiales lignocelulósicos modificados y su capacidad de adsorción. 25

Tabla 1.5 Modificación de carbones activados para remoción de aniones. 28

Tabla 2.1 Parámetros fisicoquímicos del agua en el sitio de recolección 43

Tabla 2.2 Materiales sintetizados sin modificar 46

Tabla 2.3 Materiales modificados con cerio 48

Tabla 2.4 Materiales modificados con melamina 51

Tabla 2.5 Resultados de equilibrio de adsorción de materiales adsorbentes 62

Tabla 2.6 Parámetros de los modelos de las isotermas de Freundlich, Langmuir y Prausnitz-Radke para la adsorción de fluoruro sobre materiales sintetizados a pH 7 y T = 25 °C. 67

Tabla 2.7 Propiedades de textura de los materiales sintetizados. 69

Tabla 2.8 Frecuencias características de longitud de onda de los espectros infrarrojos de los materiales modificados con cerio. 74

Tabla 2.9 Frecuencias características de longitud de onda de los espectros infrarrojos de los materiales modificados con melamina 75

Tabla 3.1 Carbones activados sintetizados 109

Tabla 3.2 Resultados de equilibrio de adsorción de carbón activado 112

Tabla 3.3 Parámetros de los modelos de isotermas de Freundlich, Langmuir y Prausnitz-Radke para adsorción de fluoruro sobre carbones activados a pH 7 y T = 25 °C 115

Tabla 3.4 Propiedades de textura de los carbones activados 117

Tabla 3.5 Frecuencias características de longitud de onda de los espectros infrarrojos de CA, CA + Ce y CA + Ce (F^-). 121

Tabla 0.1 Comparación de principales adsorbentes 136

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Diagrama de distribución de especies de fluoruro. 9
Figura 1.2. Representación del adsorbato y adsorbente en el proceso de adsorción. 18
Figura 2.1 Labores de recolección de lirio acuático 41
Figura 2.2 Sitio de recolección del lirio acuático 42
Figura 2.3 Proceso de preparación del lirio acuático 44
Figura 2.4 Procedimiento de pirólisis de lirio acuático. 45
Figura 2.5 Proceso de modificación con cerio 47
Figura 2.6 Proceso de modificación con melamina 50
Figura 2.7 Clasificación de isotermas de fisisorción IUPAC 56
Figura 2.8 Clasificación de ciclos de histéresis IUPAC 57
Figura 2.9 Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción de fluoruro de los materiales sintetizados. 64
Figura 2.10 Residuos de melamina en el horno posterior al tratamiento térmico 65
Figura 2.11 Isotermas de adsorción de fluoruro sobre los materiales modificados y su precursor a pH 7 y T = 25 °C. 68
Figura 2.12 Distribución del volumen total acumulado de poros. 71
Figura 2.13 Isotermas de adsorción-desorción sobre materiales sintetizados. 72
Figura 2.14 Comparación de los espectros infrarrojos de los materiales modificados con cerio. . 73
Figura 2.15 Comparación de los espectros infrarrojos de los materiales modificados con melamina. 76
Figura 2.16 Micrografías del lirio acuático (L) con detector de electrones retrodispersados a 500x (a) y 2500x (b) y electrones secundarios a 500x (c) y 2500x (d). 79
Figura 2.17 Espectro EDS de la superficie del lirio acuático (L). 79
Figura 2.18 Micrografías del lirio pirolizado (PL) con detector de electrones secundarios a 1000x (a) y 2000x (b) y electrones retrodispersados a 1000x (c) y 2000x (d). 80
Figura 2.19 Espectro EDS de la superficie del lirio pirolizado (PL). 80
Figura 2.20 Micrografías PL + Ce con detector de electrones retrodispersados a 500x (a) y 2000x (b) y electrones secundarios a 500x (c) y 2500x (d). 82
Figura 2.21 Espectro EDS de la superficie de PL + Ce 82
Figura 2.22 Micrografías PL + Ce 0.025 600 con detector de electrones retrodispersados a 500x (a) y 2500x (b) y electrones secundarios a 500x (c) y 2500x (d). 83
Figura 2.23 Espectro EDS de la superficie de PL + Ce 0.025 600 83
Figura 2.24 Micrografías de PL + Ce 0.025 600 saturado con F^- con detector de electrones retrodispersados a 500x (a) y 10,000x (b) y electrones secundarios a 500x (c) y 10,000x (d).... 84
Figura 2.25 Espectro EDS de la superficie de PL + Ce 0.025 600 saturado con F^-. 84

FIGURA 2.26 MICROGRAFÍAS DE PL + M CON DETECTOR DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS A 500X (A) Y 2,500X (B) Y ELECTRONES SECUNDARIOS A 500X (C) Y 2,500X (D)..... 86
FIGURA 2.27 ESPECTRO EDS DE LA SUPERFICIE DE PL + M. 86
FIGURA 2.28 MICROGRAFÍAS DE PL + M 1.5:1 800 CON DETECTOR DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS A 500X (A) Y 10,000X (B) Y ELECTRONES SECUNDARIOS A 500X (C) Y 10,000X (D)..... 87
FIGURA 2.29 ESPECTRO EDS DE LA SUPERFICIE DE PL + M 1.5:1 800. 87
FIGURA 2.30 MICROGRAFÍAS DE PL + M 1.5:1 800 SATURADO CON F^- CON DETECTOR DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS A 500X (A) Y 10,000X (B) Y ELECTRONES SECUNDARIOS A 250X (C) Y 10,000X (D).... 88
FIGURA 2.31 ESPECTRO EDS DE LA SUPERFICIE DE PL + M 1.5:1 800 SATURADO CON F^-..... 88
FIGURA 2.32 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE LOS MATERIALES MODIFICADOS CON CERIO. 90
FIGURA 2.33 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE PL + CE 0.025 M 600 ANTES Y DESPUÉS DE LA ADSORCIÓN DE FLUORURO. 91
FIGURA 2.34 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE LOS MATERIALES MODIFICADOS CON MELAMINA. 92
FIGURA 2.35 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE PL + M 1.5:1 800 ANTES Y DESPUÉS DE LA ADSORCIÓN DE FLUORURO. 93
FIGURA 2.36 REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LOS MECANISMOS DE ADSORCIÓN DE FLUORURO (F^-) PROPUESTOS PARA LOS MATERIALES MODIFICADOS CON CERIO (A) Y LOS MATERIALES MODIFICADOS CON MELAMINA (B). 100
FIGURA 3.1 PROCESO DE SÍNTESIS DE CARBÓN ACTIVADO 106
FIGURA 3.2 EFECTO DEL PH SOBRE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DE FLUORURO DE LOS CARBONES ACTIVADOS Y SUS PRECURSORES 113
FIGURA 3.3 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN DE FLUORURO SOBRE LOS CARBONES ACTIVADOS A PH = 7 Y T = 25 °C 116
FIGURA 3.4 ISOTERMA DE ADSORCIÓN - DESORCIÓN SOBRE CARBONES ACTIVADOS 118
FIGURA 3.5 DISTRIBUCIÓN DE VOLUMEN TOTAL ACUMULADO DE POROS 119
FIGURA 3.6 ESPECTRO INFRARROJO DE CA, CA + CE Y CA + CE (F^-) 120
FIGURA 3.7 ESPECTRO INFRARROJO DE CA, CA + MEL Y CA + MEL (F^-) 123
FIGURA 3.8 MICROGRAFÍAS DE CA CON DETECTOR DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS A 250X (A) Y 2500X (B) Y ELECTRONES SECUNDARIOS A 250X (C) Y 2500X (D). 125
FIGURA 3.9 ESPECTRO EDS DE LA SUPERFICIE DE CA. 125
FIGURA 3.10 MICROGRAFÍAS DE CA + CE CON DETECTOR DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS A 2500X (A) Y 10000X (B) Y ELECTRONES SECUNDARIOS A 2500X (C) Y 10000X (D)..... 127
FIGURA 3.11 ESPECTRO EDS DE CA + CE..... 127
FIGURA 3.12 MICROGRAFÍAS DE CA + MEL CON DETECTOR DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS A 2500X (A) Y 10000X (B) Y ELECTRONES SECUNDARIOS A 2500X (C) Y 10000X (D)..... 129
FIGURA 3.13 ESPECTRO EDS DE CA + MEL. 129

RESUMEN

La contaminación por fluoruro en agua destinada al consumo humano representa un problema ambiental y de salud pública en diversas regiones del mundo. Entre las alternativas para su remoción, la adsorción destaca por ser un proceso eficiente, de bajo costo y con posibilidad de emplear materiales de origen natural. En este contexto, el lirio acuático (*Eichhornia crassipes*), considerado una especie invasora en México y en diversas regiones del mundo, representa una biomasa con potencial para la síntesis de adsorbentes, permitiendo además su revalorización mediante un enfoque de economía circular, esto debido a su condición de material lignocelulósico; estos son materiales de origen vegetal constituidos principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina, cuya estructura y composición permiten su aprovechamiento como precursores para la obtención de materiales adsorbentes.

El objetivo de este trabajo fue sintetizar y evaluar distintos materiales adsorbentes obtenidos a partir de lirio acuático para la remoción de fluoruro en solución acuosa. En una primera etapa se prepararon adsorbentes mediante una pirólisis a 400 °C y modificaciones químicas con especies de cerio y melamina, evaluando el efecto de diferentes condiciones de síntesis sobre su capacidad de adsorción. Posteriormente, se sintetizó carbón activado mediante activación química con hidróxido de potasio (KOH), el cual también fue modificado con cerio y melamina bajo las mismas condiciones que presentaron los mejores resultados en la etapa anterior.

Los materiales fueron evaluados mediante pruebas de equilibrio e isotermas de adsorción a diferentes valores de pH y concentraciones iniciales de fluoruro. Además, se realizaron caracterizaciones fisicoquímicas mediante espectroscopía infrarroja por

transformada de Fourier (FTIR), fisisorción con nitrógeno y microscopía electrónica de barrido con espectroscopía de energía dispersiva (SEM-EDS), con el propósito de relacionar las propiedades de los materiales con su comportamiento como adsorbentes.

Los resultados mostraron que tanto la pirólisis como las modificaciones químicas incrementaron la capacidad de adsorción del lirio acuático, siendo el cerio y la melamina agentes modificantes efectivos para mejorar la afinidad del material por el fluoruro.

Asimismo, la activación química permitió desarrollar carbones activados con una elevada área específica y una estructura altamente porosa, lo que incrementó su capacidad de adsorción respecto a los materiales precursores. Las modificaciones posteriores con cerio y melamina mejoraron nuevamente el desempeño del carbón activado.

En conjunto, los resultados obtenidos demuestran que el lirio acuático constituye una materia prima con potencial para la obtención de adsorbentes sustentables y carbones activados de alto desempeño para la remoción de fluoruro en agua. Además de contribuir al aprovechamiento de una especie invasora, este trabajo aporta información sobre el efecto de la activación química y de las modificaciones superficiales con cerio y melamina en las propiedades adsorbentes de materiales lignocelulósicos.

INTRODUCCIÓN

Actualmente, México atraviesa una época en la que el estrés hídrico se ha vuelto una problemática persistente y en aumento con el paso de los años. Los factores como escasas precipitaciones, falta de recarga y sobreexplotación de los mantos acuíferos, así como una mala gestión de los recursos, el aumento poblacional, la urbanización y el crecimiento industrial, provocan que la demanda de agua sobrepase la capacidad de abastecimiento, afectando a la población, al desarrollo económico y a los ecosistemas.

La disponibilidad del agua no es el único factor de relevancia cuando se habla de abastecimiento; es importante que el agua sea de calidad, que asegure saneamiento, higiene y salud.

De acuerdo con la Comisión Nacional del Agua (CONAGUA), el 60.8% del uso consuntivo del agua proviene de fuentes superficiales, mientras el 39.2% se obtiene de fuentes subterráneas (CONAGUA, Usos del Agua, 2019). Esta última cifra incrementa en lugares desérticos, como lo son la Zona Centro y el Altiplano de San Luis Potosí. Si no se hace un aprovechamiento sostenible de los recursos hídricos en la Zona Metropolitana de San Luis Potosí (ZMSLP), la falta de lluvias en la zona hará que la cifra de agua abastecida a través de fuentes subterráneas incremente en los próximos años.

El agua subterránea proviene de formaciones geológicas a distintas profundidades de la corteza terrestre denominadas “acuíferos”; estos cuerpos de agua se recargan gracias a la infiltración de precipitaciones por medio de un suelo poroso. La calidad del agua subterránea está condicionada por las condiciones geológicas del medio, ya que, al escurrir el agua hacia el acuífero, va arrastrando minerales y compuestos solubles.

Además, el agua subterránea puede ser contaminada por fuentes antropogénicas como descargas de agua residual a los cuerpos de agua.

En el centro del país, la presencia de fluoruro en el agua subterránea supera los niveles establecidos en la normativa actual para agua de consumo humano, preocupando los riesgos sanitarios de la exposición crónica en niños y adultos, principalmente problemas dentales y huesos (Gutiérrez & Alarcón-Herrera, 2022)

Actualmente, existen diversos métodos para remover fluoruro del agua, entre ellos la ósmosis inversa, precipitación, intercambio iónico, alúminas activadas y adsorción. Varios métodos muestran resultados favorables, sin embargo, estos suelen ser procesos de alto costo, alto mantenimiento y/o poco sustentables (Singh et al., 2013)

Una alternativa para la remoción de contaminantes en el agua es el empleo de la adsorción mediante el uso de carbones activados u otros materiales sintetizados a partir de compuestos lignocelulósicos derivados de residuos agroindustriales, agroforestales o especies invasoras. Los materiales lignocelulósicos son una biomasa abundante; están formados de lignina, celulosa y hemicelulosa, y por su alto contenido de carbón y sitios activos en su superficie, son un gran precursor para fabricar materiales adsorbentes y/o carbón activado.

Este tipo de materiales tiene la ventaja de ser de bajo costo ya que generalmente la materia prima se encuentra disponible en grandes cantidades. Además, se busca que su proceso de producción sea limpio y sustentable, contribuyendo a la economía circular al revalorizar residuos, evitando, además, su acumulación y mala disposición, práctica que podría resultar en formación de lixiviados que se infiltran al suelo y al acuífero, generación de gases contaminantes, la existencia de un medio de cultivo y propagación de organismos patógenos, malos olores y contaminación visual.

Por lo expuesto, es preciso encontrar materiales lignocelulósicos disponibles y abundantes a partir de los cuales fabricar adsorbentes de calidad y bajo costo, que presenten características que los vuelvan eficientes para la remoción de contaminantes.

El uso de especies invasoras es una alternativa sustentable para la elaboración de este tipo de materiales. El lirio acuático (Eichhornia *crassipes*) es una especie invasora presente en más de 70 países (Jha & Li, 2025). En México se ha distribuido de manera rápida gracias a las condiciones de temperatura y calidad del agua en presas y lagunas del país. La presencia de esta especie sin un método de control trae efectos negativos a la economía y salud de las regiones que hacen aprovechamiento de los cuerpos de agua que esta invade, así como daños a la biodiversidad y los ecosistemas

Utilizar el lirio acuático como material precursor de adsorbentes reintegra esta especie invasora a la economía, dándole un uso sustentable y funcionando como método de control de la especie.

En este trabajo, se propone usar lirio acuático como un material lignocelulósico precursor de adsorbentes y carbones activados para eliminar fluoruro de agua, con el fin de aportar una alternativa para abordar la problemática de altos niveles de fluoruro en el agua de consumo en San Luis Potosí y con ello, ayudar a prevenir sus efectos en la salud asociados.

1. Antecedentes sobre la problemática de contaminación por fluoruro y métodos de remoción

1.1 Situación general del agua a nivel mundial

El agua es una sustancia inodora, incolora y sin sabor, no tóxica y vital para la existencia de la vida. En la naturaleza está presente en los tres estados de agregación de la materia: sólido, líquido y gas. La podemos encontrar en la hidrósfera dentro de grandes cuerpos de agua como los océanos, lagos, ríos y glaciares; en la atmósfera de forma condensada en las nubes y como vapor de agua, en la biósfera dentro de los seres vivos; y en la litósfera como parte de los suelos.

El agua cubre alrededor del 70% de la superficie de la Tierra, donde el 97.5% se encuentra en los océanos y el 2.5% restante es agua dulce. Por los altos contenidos de sal, el agua de los océanos no está disponible para consumo humano, riego de cultivos ni actividades industriales a excepción de procesos de enfriamiento. Más aun, del 3% disponible, 2.5% se encuentra en glaciares, capas de hielo en el suelo, atmósfera y suelo, dejando solo un 0.5% de agua fresca disponible y de fácil acceso (Gobierno de México, 2021)

La Asamblea General de las Naciones Unidas declaró en julio de 2010 como derecho humano el acceso al agua para consumo personal y saneamiento, contemplando de 50 a 100 litros por día por persona, además, el agua debe ser de fácil acceso y de precio justo. Sin embargo, esto no ha sido fácil ni posible de cumplir en su totalidad (Naciones Unidas, 2024).

Los objetivos y metas de desarrollo sostenible (ODS) de la Organización de las Naciones Unidas (ONU), establecen como objetivo número seis, que para el año 2030

toda la población tendrá acceso a agua limpia y saneamiento, argumentando que actualmente hay millones de personas que no cuentan con servicios básicos de agua potable, drenaje, infraestructura para aseo personal y en general se encuentran en situación marginalizada. Además, la ONU reportó en 2023 que 2,400 millones de personas viven en países con estrés hídrico, donde no solo se compromete la salud e integridad del ser humano, sino también la salud de los ecosistemas acuáticos, terrestres y humedales, poniendo en peligro especies animales y vegetales. (Naciones Unidas, 2023).

1.2 Situación general del agua en México y San Luis Potosí

La Constitución Mexicana en su artículo 4° (Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos, 1917) menciona el derecho al acceso, disposición y saneamiento de agua para consumo personal y doméstico en forma suficiente, salubre y asequible, y que es el Estado quien debe garantizar el cumplimiento de este, con la participación de la Federación, Estado y municipios.

Dentro del territorio nacional hay 29,000 km^2 de cuerpos de agua, conformados por ríos, lagos, lagunas, presas y acuíferos, además de 144 humedales de importancia internacional. El territorio nacional está dividido en 757 cuencas hidrológicas agrupadas en 37 regiones hidrológicas y 653 acuíferos para administrar las aguas subterráneas (Comisión Nacional del Agua, 2024).

En México, el 39% del agua distribuida proviene de fuentes subterráneas (Usos del Agua, 2019); en las zonas desérticas del centro y norte del país, esta cifra alcanza hasta un 55% y va en alza. El abastecimiento público solo representa el 15% del consumo de agua, que abarca el servicio doméstico y urbano (empresas y comercios conectados a la

red municipal), el resto del agua es dirigido a la agricultura, ganadería, acuacultura, industria autoabastecida y plantas termoeléctricas (Comisión Nacional del Agua, 2024)

La sequía es uno de los fenómenos climáticos de mayor preocupación en el país en los últimos años; ésta ha provocado el agotamiento de las reservas de los acuíferos debido a su sobreexplotación y junto con otros factores como el cambio de uso de suelos, aumento de la temperatura y cambio climático, contaminación de cuerpos de agua, entre otros, han afectado la capacidad de abastecimiento de agua en niveles sin precedentes.

San Luis Potosí se encuentra entre 3 regiones hidrológicas, cuenta con 19 acuíferos, de los cuales varios presentan problemas de sobreexplotación o salinización. Solo el 55,8 % de las viviendas en el estado tienen acceso diario al agua potable (Comité de Planeación de Desarrollo Estatal, 2022), y otras no cuentan con servicios de abastecimiento, drenaje y saneamiento en óptimas condiciones.

La Zona Metropolitana de San Luis Potosí (ZMSLP) se abastece mediante 146 pozos operados por INTERAPAS y 3 presas. Además, hay 1,473 pozos bajo gestión privada. (Quintero-García, 2025)

Si bien es cierto que la ZMSLP presenta una problemática por la falta de recursos hídricos, la mayor problemática reside en una mala gestión y regulación de estos, provocando desigualdad en la distribución, mala calidad del agua, desperdicio y alteración de los ecosistemas y del ciclo natural hidrológico.

Por otro lado, la urbanización de zonas de infiltración y recarga aledañas a la Sierra de San Miguelito, derivado de una deficiente gestión y planeación urbana, ha provocado que las inundaciones en el valle de la ciudad sean cada vez más comunes, vulnerando a la población que reside en él (Quintero-García, 2025).

1.2.1 Contaminación y calidad del agua en México y San Luis Potosí

Cuando se habla de acceso al agua, se deben considerar tanto el aspecto cuantitativo como el cualitativo; no solo se debe garantizar el acceso al agua de manera suficiente para satisfacer todas las necesidades, sino también se debe asegurar que el agua se encuentre en condiciones óptimas para su uso, y así evitar afectaciones a la salud y al medio ambiente.

Los factores antropogénicos como descargas de aguas residuales domésticas e industriales no tratadas, uso de pesticidas, derrames industriales, vertido de sustancias, entre otros, contaminan el agua superficial. En el caso del agua subterránea, cuando esta fluye a través del subsuelo, transporta sustancias y minerales disueltos, algunos de estos pueden ser nocivos para la salud humana, adicionalmente, los factores antropogénicos mencionados se pueden infiltrar en el suelo y llegar a los cuerpos de agua subterránea, volviéndola no apta para consumo (Morales-Casique, 2021).

En México se ha reportado que acuíferos de la zona centro y norte del país presentan niveles elevados de flúor y arsénico, incluyendo el acuífero que abastece a la zona Metropolitana de San Luis Potosí (Cardona et al., 2018). Existen diversas Normas Oficiales Mexicanas (NOMS) en materia de agua que regulan el uso y calidad de agua. Algunas de las principales son la *NOM-001-SEMARNAT-2021*, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos de agua nacionales; la *NOM-002-SEMARNAT-1996*, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado; y la *NOM-127-SSA1-2021,* que establece los límites permisibles de calidad del agua para uso y consumo humano.

1.3 Fluoruro

El flúor (F) es un elemento químico perteneciente al grupo de los halógenos, posee una masa atómica de 18.99 g mol^{-1} y un número atómico de 9. Es el elemento más electronegativo y reactivo de la tabla periódica. A temperatura ambiente es gaseoso de color amarillento, pero raramente está en la naturaleza en su estado elemental, sino unido a otros elementos en forma de minerales o en solución acuosa como ion fluoruro (National Center for Biotechnology Information, 2026).

El fluoruro es un ion monovalente con carga -1. Es la base conjugada del ácido fluorhídrico; dentro de la teoría de ácidos y bases de Brønsted-Lowry, esto significa que es el producto de la donación de un protón (H^+), esto se puede observar en la siguiente ecuación química:

$$HF + H_2O \rightarrow F^- + H_3O^+$$

Se asemeja a un ion hidróxido tanto estructural como químicamente (Ahmad et al., 2022).

En la Figura 1.1 se muestra el diagrama de distribución de especies de fluoruro, donde se puede observar que el ion fluoruro predomina por arriba de un pH de 3.2, mientras que, a un pH inferior, comienza a predominar el ácido fluorhídrico.

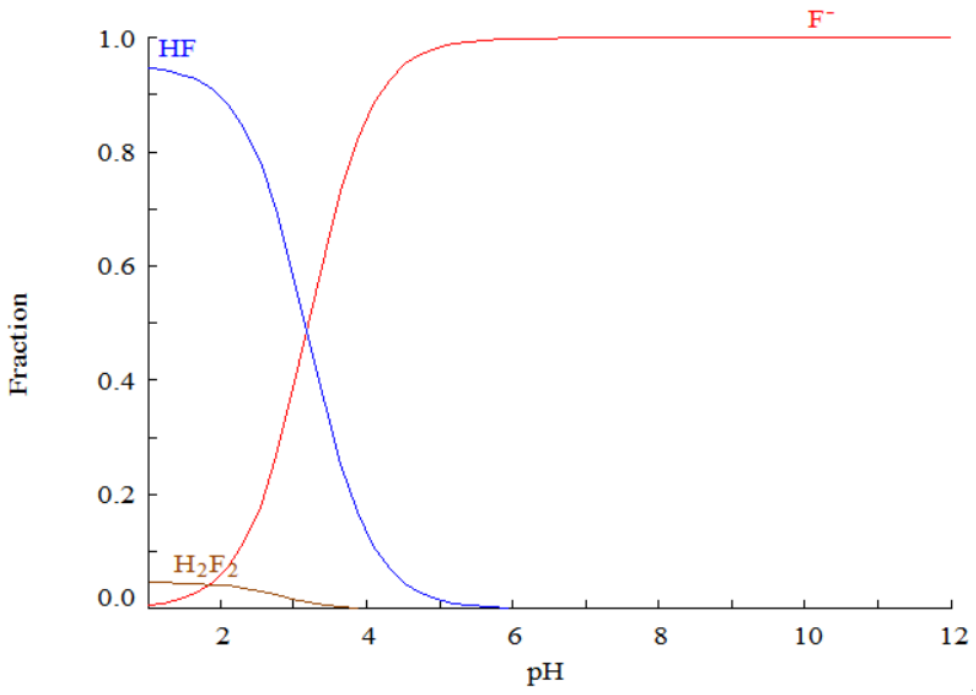


Figura 1.1 Diagrama de distribución de especies de fluoruro.

1.3.1 Fuentes naturales y antropogénicas

El flúor es un elemento abundante en la corteza terrestre encontrado en depósitos geoquímicos provenientes de emisiones volcánicas de los que se libera al agua subterránea de forma lenta mediante el proceso de meteorización de las rocas que lo contienen (Ahmad et al., 2022). La concentración de fluoruro que se disuelve en el agua depende de distintos factores como las condiciones fisicoquímicas del acuífero, el grado de meteorización de las rocas, pH y porosidad del suelo, temperatura, composición y tiempo de residencia del agua en el acuífero.

Los principales minerales con flúor son la fluorita (CaF_2), fluorapatita [$Ca_5(PO_4)_3F$], criolita (Na_3AlF_6), villiaumita (NaF), topacio [$Al_2(SiO_4)F_2$] y sellaita (MgF_2), (Vences-Álvarez, 2014), así como algunas arcillas donde el fluoruro remplaza a los grupos hidroxilo en su estructura mineral (Briceño-Polo, 2019) No todos estos minerales liberan

fluoruro al medio acuoso de la misma manera, ya que los factores mencionados anteriormente pueden influir de manera distinta en cada uno de ellos. Por ejemplo, el topacio y la sellaita presentan baja solublubilidad en agua, mientras que la criolita y la fluorapatita son más dependientes de condiciones ácidas para su disolución (Chaïrat et al., 2007), en el caso de la criolita, la presencia de especies de aluminio también influye en su liberación al agua. De los minerales considerados, las especies más solubles son la fluorita y la villiaumita; particularmente, la disolución de fluorita está relacionada con la actividad y baja concentración de calcio (Ca^{+2}) en el medio y puede favorecerse también en condiciones ácidas (Nordstrom, 2022)

Aunque la principal causa de la presencia de fluoruro en el agua son las fuentes naturales, existen fuentes antropogénicas que contribuyen en menor manera, como descargas de industrias de fertilizantes con fosfato, combustión de carbón y de aluminio, industria del cemento, vidrio y cerámica, acero, etc. así como incineración de basura y emisiones de ácido fluorhídrico (Ahmad et al., 2022).

1.3.2 Efectos a la salud

El flúor es un oligoelemento esencial, estos son elementos que, en muy pequeñas cantidades, son indispensables para el funcionamiento de diversos procesos metabólicos y hormonales en el cuerpo.

El flúor se encuentra en los organismos en forma de fluoruro de calcio (CaF_2), su función es fortalecer las estructuras óseas, previniendo osteoporosis, caries y dientes debilitados (MedlinePlus, 2023). No obstante, en concentraciones altas, el fluoruro representa un riesgo para la salud.

De acuerdo con el *National Institutes of Health* (2024), la ingesta diaria recomendada es de 3 mg en mujeres y 4 mg en hombres adultos, y de 0.5 a 2 mg en

niños. Esta cantidad se alcanza fácilmente por medio de la ingesta de alimentos, y agua fluorada que se presenta en sitios donde el agua natural no contiene suficientes niveles de fluoruro. Además, la mayoría de los productos dentales están adicionados con flúor.

En zonas como la ciudad de San Luis Potosí y municipios cercanos, donde el agua que abastece los hogares suele tener niveles de fluoruro que superan los límites establecidos, la población está expuesta a superar esta ingesta diaria recomendada si consume el agua directamente de una fuente subterránea o de la red pública de suministro de agua y no de fuente embotellada o garrafón (Vázquez-Bojórquez et al., 2022).

Aproximadamente un 80-90% del fluoruro ingerido es absorbido por el organismo, el estómago absorbe 20-25% en forma de ácido fluorhídrico; el resto es absorbido en el intestino delgado en su forma aniónica. En presencia de cationes bi y trivalentes, provenientes de la ingesta de otros alimentos (como el calcio), el fluoruro se compleja a compuestos insolubles, reduciendo la cantidad absorbida por el cuerpo, por eso, se recomienda una dieta rica en calcio en zonas afectadas por altos niveles de fluoruro en el agua (Buzalaf & Whitford, 2011)

La mayor parte del fluoruro absorbido se distribuye en los tejidos mineralizados: esmalte dental, dentina y huesos, el pequeño restante se distribuye a los tejidos suaves (principalmente el riñón y el hígado) y fluidos corporales como orina, plasma y saliva. La retención final se estima en 36% del fluoruro absorbido diario en adultos y alrededor de 55% en niños, por lo que estos últimos son más vulnerables a los efectos de la sobre ingesta de fluoruro (Buzalaf & Whitford, 2011).

Algunos de los factores que influyen en el metabolismo del fluoruro son: insuficiencia renal, actividad física, factores genéticos y dieta y nutrición. Este último

factor ha llevado a hacer investigaciones del efecto del fluoruro en niños de comunidades marginadas o de escasos recursos, se han encontrado relaciones entre la desnutrición y la fluorosis dental (Buzalaf & Whitford, 2011; Kabir et al., 2020).

1.3.3 Efectos al ambiente

La contaminación por fluoruro expone a los organismos a diversos efectos tóxicos y alteraciones en las relaciones ecológicas entre los componentes de un ecosistema. A altas concentraciones, organismos como algas, bacterias y vegetación acuática pueden bioacumular fluoruro en su sistema, provocando alteración a procesos fisiológicos y metabólicos que afectan el crecimiento y desarrollo de las especies (Han et al., 2021)

1.3.4 Legislación

Existen diversos parámetros y normas nacionales e internacionales que dictan los niveles máximos permisibles de fluoruro disuelto en agua para prevenir efectos negativos a la salud. Los límites permisibles de las principales instituciones de salud se reportan en la Tabla 1.1; la Secretaría de Salud ha emitido dos normas regulatorias, una de agua para uso y consumo humano (NOM-127-SSA1-2021) y otra para agua embotellada o a granel y hielo (NOM-201-SSA1-2015). También, se enlistan las regulaciones emitidas por la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA) y la Organización Mundial de la Salud (OMS)

Tabla 1.1 Límites máximos permisibles de fluoruro en agua para consumo humano.

Norma o Regulación	Valor (mg L^{-1})
NOM-127-SSA1-2021, Agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de la calidad del agua	1.0
NOM-201-SSA1-2015, Productos y servicios. Agua y hielo para consumo humano, envasados y a granel. Especificaciones sanitarias	0.7 2.0 (agua mineral) *
EPA *National Primary Drinking Water Regulations*	4.0
OMS *Guideline values for naturally occurring chemicals that are of health significance in drinking water*	1.0

*Para el agua mineral natural, si el producto contiene más de 0.7 mg/L de fluoruro, la etiqueta debe especificar **"Contiene fluoruro".** Cuando el producto contenga más de 1.5 mg/L de fluoruro, se debe incluir en la etiqueta **"Este producto no es apto para lactantes y niños menores de siete años".**

1.3.5 Presencia en México y San Luis Potosí

Las zonas áridas del centro y norte de México son consideradas endémicas de la presencia de fluoruro en el agua en fuentes subterráneas. En localidades de diversos estados como Zacatecas, Chihuahua, Durango, Sonora, Guanajuato y San Luis Potosí han reportado concentraciones desde 4.5 hasta 29.6 mg L^{-1}. Esto representa una problemática, ya que precisamente en zonas áridas, el agua subterránea es la principal fuente de abastecimiento para uso doméstico, por lo que las altas concentraciones de fluoruro en ella son un riesgo sanitario para los consumidores. Se estima que alrededor de 20 millones de personas en todo el país consumen agua con niveles de fluoruro superiores a la norma, dentro de esto se encuentran aproximadamente 6.5 millones de niños expuestos, que, al ser más vulnerables, se puede afectar su salud y desarrollo (Ortiz-Magdaleno & Pozos-Guillén, 2024).

En San Luis Potosí se encontró, en un estudio realizado en 33 municipios, que 13 de ellos superan el límite de la NOM-127-SSA1-2021, todos ellos pertenecen al altiplano potosino. En la zona metropolitana, se han encontrado concentraciones que varían de 1.5 a 4 mg/l (Del Razo et al., 2021).

Un estudio realizado por Alarcón-Herrera et al (2020) donde se propuso una dosis de ingesta diaria máxima recomendada de 0.06 mg kg^{-1} d^{-1} de acuerdo con diversas guías alimentarias, se reporta que en San Luis Potosí hay 772,124 habitantes expuestos a niveles mayores al establecido cuando el consumo es directo del suministro de agua potable, el cual debería encontrarse en un nivel menor al establecido en la norma, sin embargo, cuando esto no sucede, representa un riesgo a la salud para un gran porcentaje de la población.

En cuanto a las fuentes, es posible que el ambiente geológico de la cuenca de San Luis Potosí sea la principal causa de fluoruros en el agua. (Cardona et al., 2018)describe que la presencia de rocas volcánicas ricas en topacio y apatito sería la principal fuente, por la disolución de la roca en el agua a baja temperatura.

1.4 Métodos de remoción de fluoruro en agua

En la actualidad hay distintos métodos que se pueden emplear para remover fluoruro del agua contaminada. Para elegir un método, se deben tomar en cuenta diversos factores, como la concentración inicial y la concentración final deseada, el volumen de agua a tratar, costos de equipos, materiales, operación, logística, entre otros. En la Tabla 1.2 se presentan algunos de los métodos más comunes para remover fluoruro del agua, así como las ventajas y desventajas o limitaciones que presenta cada uno.

Tabla 1.2 Métodos de remoción de fluoruro en agua.

Método	Descripción	Ventajas	Limitaciones	Cita
Adsorción	Proceso por el cual una sustancia (adsorbato) se adhiere a la superficie de un material (adsorbente) por medio de procesos físicos o químicos	▪ Accesibilidad y sencilla operación ▪ Bajo costo ▪ Tasa de remoción	▪ Puede provocar mal olor y sabor en el agua ▪ Regeneración del adsorbente ▪ Desorción	(Ahmad et al., 2022b; Arab et al., 2024)
Precipitación/ coagulación	Adición de sales y otros agentes que forman flóculos en el agua a los que se adhiere la molécula de fluoruro	▪ Bajo costo	▪ Formación de lodos ▪ Cantidad de agua tratada ▪ Mal olor y sabor en el agua	(Ahmad et al., 2022b)
Ósmosis inversa	Método de membrana donde se aplica presión hidráulica mayor a la presión osmótica, resultando en flujo del agua a través de la membrana y retención del contaminante	▪ Alta tasa de remoción ▪ Regeneración de membrana ▪ Elimina sabor y olor	▪ Costos de operación (energía eléctrica y mantenimiento) ▪ Remoción de nutrientes esenciales del agua	(Ahmad et al., 2022b; Arab et al., 2024)
Nano filtración	Método similar a la ósmosis inversa, la membrana presenta poros de mayor tamaño, resultando en menor resistencia al paso del soluto	▪ Alta selectividad ▪ Menor presión y requerimiento energético y mayor velocidad en comparación a la ósmosis inversa	▪ Membrana más costosa ▪ Membrana sensible a altas concentraciones de cloro	(Ahmad et al., 2022b)
Electrodiálisis	Segregación electroquímica mediante membranas de intercambio iónico bajo un campo eléctrico	▪ Costo relativamente bajo	▪ Ineficiente en agua con baja salinidad (< 0.5 μS/cm)	(Ahmad et al., 2022b)

1.4.1 Adsorción para la remoción de fluoruro en agua

La adsorción es el fenómeno en el que una sustancia o molécula (adsorbato) se adhiere y se acumula en la superficie de un material (adsorbente) mediante interacciones superficiales. Esta no debe confundirse con la absorción, donde la sustancia o molécula se incorpora al interior del material (International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), 2014)

Existe una variedad de materiales que se pueden emplear para remover fluoruro del agua por medio de adsorción, cada uno con distintas características físicas, químicas, y morfológicas. Algunos son una combinación de dos materiales distintos para crear una sinergia entre ellos; otros materiales son modificados física o químicamente para modificar o añadirles propiedades.

De igual manera, para seleccionar un material, se deben considerar factores como disponibilidad, costos, condiciones del agua a tratar, características deseadas del agua tratada (olores o sabores residuales), entre otros.

En la Tabla 1.3 se describen distintos materiales que han sido estudiados y empleados para remover fluoruro del agua mediante adsorción, así como sus ventajas y limitaciones.

Tabla 1.3 Distintos materiales adsorbentes para la remoción de fluoruro del agua.

Adsorbente	Descripción	Ventajas	Limitaciones	Cita
Resinas de intercambio iónico	Columnas con resinas aniónicas sintéticas, el fluoruro se adhiere a la resina mientras otro	▪ Fácil regeneración de las resinas	▪ Baja eficiencia ▪ Resinas de alto costo ▪ Alto volumen de residuos contaminados derivados de la	(Ahmad et al., 2022b; Arab et al., 2024)

	anión se libera al agua		regeneración de las resinas	
Alúmina Activada	Óxidos de aluminio activados mediante un tratamiento térmico	▪ Alta área específica del material ▪ Alta eficiencia	▪ Aluminio residual en el agua.	(Ahmad et al., 2022b)
Zeolitas modificadas	Minerales modificados con metales afines al fluoruro	▪ Alta selectividad ▪ Bajo costo	▪ Regeneración del material	(Zhao et al., 2023)
Hidróxidos dobles laminares	Arcillas sintéticas con aniones en su estructura que son intercambiados por el fluoruro	▪ Alta eficiencia ▪ Regenerables	▪ Requiere síntesis muy controlada	(Zhao et al., 2023)
Carbón de hueso	Carbonizado fabricado a partir de huesos animales, afín a la adsorción de fluoruro gracias a la hidroxiapatita en su composición	▪ Bajo costo ▪ Alta eficiencia	▪ Color amarillento ▪ Mal olor y sabor	(Tolkou et al., 2021)
Biosorbentes	Residuos vegetales, agroindustriales, especies invasoras o cualquier tipo de biomasa compuesta por biopolímeros con propiedades adsorbentes	▪ Bajo costo ▪ Abundante disponibilidad ▪ Sostenibles ▪ Presencia de grupos funcionales	▪ Requieren modificación ▪ Variabilidad de la materia prima	(Ahmad et al., 2022b)
Carbones activados modificados	Carbón activado modificado mediante técnicas físicas y/o químicas para volverlos más afines al fluoruro	▪ Alta área específica y porosidad ▪ Bajo costo	▪ Agentes modificantes pueden ser costosos. ▪ Altas temperaturas de síntesis ▪ Mejor funcionamiento a pH ácido	(Tolkou et al., 2021; Zhao et al., 2023)

1.5 Adsorción

La adsorción es un proceso en el que un ion, átomo o molécula denominado el *adsorbato*, se adhiere superficialmente a otro material, denominado *adsorbente*, como se ilustra en la Figura 1.2. La adsorción se puede llevar a cabo de manera física (fisisorción) cuando no hay formación de nuevos compuestos químicos y la fuerza de los enlaces es débil, por ejemplo, por fuerzas de Van der Waals. Por otro lado, la adsorción química (quimisorción) se da cuando hay enlaces más fuertes o formación de nuevos compuestos o ligandos, este proceso suele ser irreversible (Leyva-Ramos, 2007).

La adsorción se puede llevar a cabo en distintas fases, como gas-sólido, o líquido-sólido. Ésta última es de gran interés para la remoción de contaminantes que se encuentran en fase líquida, desde compuestos orgánicos, contaminantes emergentes, metales pesados, aniones, color, olor, sabor, y mucho más.

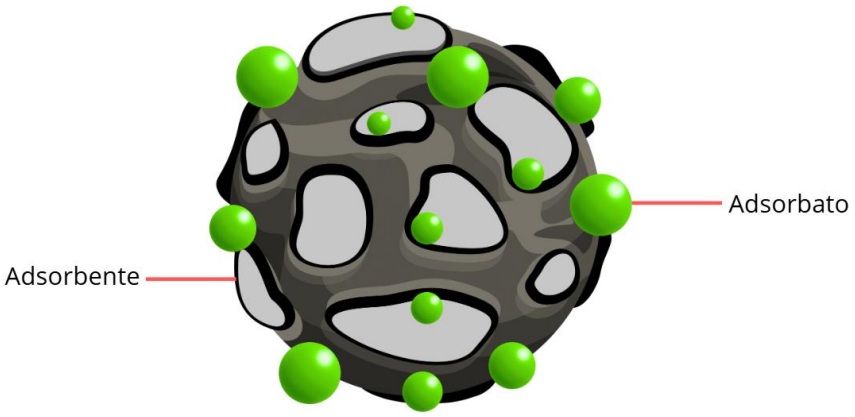


Figura 1.2. Representación del adsorbato y adsorbente en el proceso de adsorción.

En la industria existen múltiples tipos de materiales adsorbentes para el tratamiento de agua, desde el uso doméstico hasta las aguas residuales. Algunos de los más comunes son el carbón activado, zeolitas, gel de sílice y alúminas activadas, pero

existen muchos más. Todos muestran distintas características, rangos de precio, disponibilidad y accesibilidad, y sustentabilidad (Tolkou et al., 2021)

El agua para tratar debe ser caracterizada para, a partir de sus condiciones, seleccionar un adsorbente apto para el contaminante que se desee remover. Más aún, los adsorbentes ya existentes pueden ser modificados por procesos físicos o químicos, o integrados entre sí para mejorar su rendimiento y aumentar sus propiedades adsorbentes.

1.5.1 Factores que influyen en la adsorción

I. Propiedades de textura del adsorbente

Las propiedades de textura del adsorbente determinan el área específica disponible para las interacciones entre el adsorbente y el adsorbato. En general, una mayor área específica proporciona una mayor superficie disponible para la adsorción. Para incrementar el área específica, es necesario que el material presente una estructura porosa. Estas características pueden determinarse mediante un análisis de fisisorción, en el cual el material se somete a la adsorción de un gas, comúnmente nitrógeno. A partir de este análisis es posible determinar el área específica del material, expresada en $m^2\ g^{-1}$, así como el volumen total de poros y su diámetro promedio (Leyva-Ramos, 2007).

II. Propiedades fisicoquímicas del adsorbente

Otro factor importante en el proceso de adsorción corresponde a las propiedades fisicoquímicas y, particularmente, a las características de carga superficial del adsorbente. Estas propiedades están relacionadas con la presencia de sitios activos y grupos funcionales en la superficie del material, los cuales pueden establecer interacciones con las especies presentes en el adsorbato mediante diferentes mecanismos, como la formación de enlaces y el intercambio iónico. Asimismo, los grupos

funcionales superficiales pueden actuar como donadores o aceptores de protones, modificando las interacciones entre el adsorbente y el adsorbato (Leyva-Ramos, 2007).

III. Propiedades físicas y químicas del adsorbato

Para seleccionar el adsorbente más adecuado es necesario considerar las propiedades físicas y químicas del adsorbato, entre las que destacan el tamaño molecular, la solubilidad y la carga superficial. Estas características determinan, en gran medida, la forma en que el adsorbato puede interactuar con la superficie del adsorbente y con los sitios activos disponibles. Asimismo, debe considerarse la concentración del adsorbato en la solución, debido a que un incremento en su concentración puede favorecer la ocupación de los sitios activos y conducir progresivamente a la saturación del adsorbente, afectando su capacidad y eficiencia de adsorción (Leyva-Ramos, 2007).

IV. Propiedades de la fase líquida

Las propiedades de la fase líquida también desempeñan un papel fundamental en el proceso de adsorción. Entre los principales parámetros se encuentran el pH y la temperatura de la solución, los cuales pueden modificar tanto las características superficiales del adsorbente como la forma química y la movilidad del adsorbato, influyendo en la naturaleza y velocidad de las interacciones entre ambos. Asimismo, factores como la fuerza iónica y la polaridad de la solución pueden modificar dichas interacciones y, por tanto, afectar el comportamiento del proceso de adsorción (Leyva-Ramos, 2007).

1.5.2 Isotermas de adsorción

Una isoterma de adsorción es un modelo matemático empleado para representar el comportamiento de un adsorbente en contacto con el adsorbato hasta alcanzar el equilibrio. En una isoterma, se representa gráficamente la relación entre masa adsorbida por unidad de adsorbente y la concentración de adsorbato en la solución cuando este alcanza el equilibrio, cuando el experimento se lleva a cabo a una temperatura constante (Leyva-Ramos, 2007).

Una isoterma de adsorción puede ser empleada para predecir el comportamiento de un material adsorbente en el diseño de un sistema de tratamiento de agua, ya que nos permite determinar la cantidad de contaminante que podemos remover en función de la masa empleada y de la concentración final en equilibrio que se busca alcanzar.

Existen distintos modelos de isotermas de adsorción en fase líquida, los más comunes son el de Langmuir, Freundlich y Prausnitz-Radke. Si bien estos modelos se basan en ciertas suposiciones sobre el proceso de adsorción, es erróneo asumir que, porque un grupo de datos ajusta mejor a un modelo matemático, ocurre el mecanismo de adsorción asociado a los principios del modelo.

i. **Modelo de Langmuir.** Este modelo teórico supone que la adsorción ocurre únicamente sobre ciertos sitios de la superficie del material adsorbente, que únicamente una molécula de adsorbato se adhiere a un solo sitio, y que éstas no interactúan entre sí. El modelo es el siguiente:

$$q = \frac{q_m KC}{1 + KC}$$

Donde:

q = Masa de soluto adsorbida por unidad de masa de adsorbente (mg g^{-1})

q_m = Masa máxima teórica de soluto que se adsorbe (mg g^{-1})

C = Concentración del soluto en equilibrio (mg L^{-1})

K = Constante de la isoterma de Langmuir (L mg^{-1})

ii. Modelo de Freundlich. Esta isoterma supone que la capacidad de adsorción del adsorbente incrementa cuando aumenta la concentración de soluto en equilibrio, esto, a diferencia de la isoterma de Langmuir, hace que la gráfica no se vuelva asintótica a altas concentraciones. Se representa con la siguiente ecuación:

$$q = kC^{1/n}$$

Donde:

k = Constante de la isoterma de Freundlich (mg L g-1)

n = intensidad de la adsorción

iii. Modelo de Prausnitz-Radke. Este modelo cuenta con tres constantes propias de ajuste, además, presenta características de un modelo lineal, de Langmuir o de Freundlich bajo ciertas condiciones, por lo que generalmente, este ajusta mejor los datos. Se representa de la siguiente manera:

$$q = \frac{aC}{1 + bC^{\beta}}$$

donde a, b y β son constantes de la isoterma Prausnitz-Radke (Leyva-Ramos, 2007).

1.5.3 Materiales adsorbentes

Generalmente se busca que un material adsorbente tenga un área específica alta, y sitios activos en su superficie afines al contaminante que se busque remover. Estos materiales pueden ser de origen natural (como arcillas, zeolitas o biomasa) o de origen sintético (polímeros, nanomateriales, materiales ferromagnéticos, etc.). Además, cualquier material, ya sea natural o sintético, puede ser modificado física o químicamente para que este obtenga propiedades que busquemos para remover el contaminante objetivo.

Se deben tomar en cuenta factores como la accesibilidad a los materiales y el costo. Por eso, se ha explorado el uso de distintos tipos de biomasa como precursores de adsorbentes, ya que se pueden encontrar en abundancia y son de bajo costo, especialmente cuando son residuos de procesos agroindustriales, o de la necesidad de controlar la proliferación de una especie (como es el caso de las especies invasoras).

La biomasa con gran cantidad de lignocelulosa en su estructura, conocida como materiales lignocelulósicos, cumple con diversas características que los vuelven buenos precursores de materiales adsorbentes.

1.5.4 Materiales lignocelulósicos como precursores de materiales adsorbentes

La lignocelulosa es uno de los materiales más abundantes en nuestro planeta, es el principal componente de toda la materia vegetal seca encontrada en la naturaleza. Este material es el principal componente de la pared celular de las plantas; la pared celular vegetal es una compleja estructura de polisacáridos que provee soporte a la célula y es producida durante la fotosíntesis (Brethauer et al., 2020).

La lignocelulosa tiene una composición orgánica compleja de tres biopolímeros: lignina, celulosa y hemicelulosa.

Además de lignina, celulosa y hemicelulosa, estos materiales pueden tener otros compuestos en su estructura: proteínas, lípidos, minerales, agua, entre otros, pero el carbono es su principal componente, haciendo que con los años se explore este material como fuente de carbono para usos como la industria de papel, biocombustibles, sustratos, fertilizantes y materiales adsorbentes.

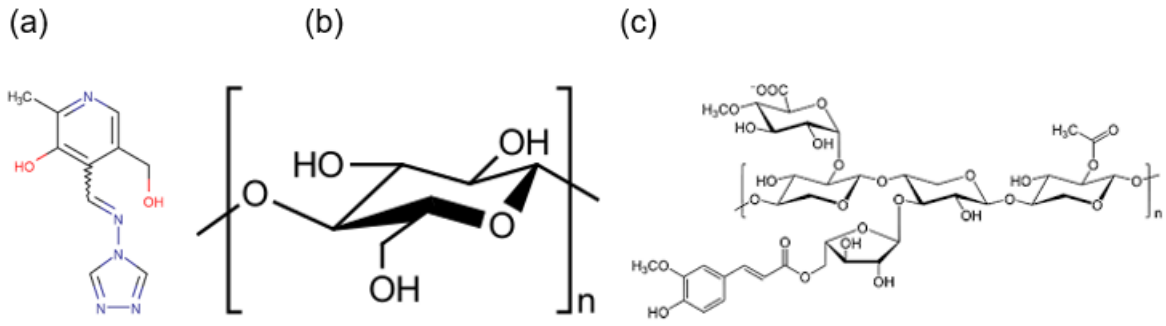


Figura 1.3. Lignina (a), celulosa (b) y hemicelulosa (c) (Brethauer et al., 2020)

Algunas de las ventajas del uso de estos materiales como adsorbentes son: bajo costo, renovabilidad, revalorización de residuos o especies invasoras, reducción del impacto ambiental, accesibilidad.

En el campo de la adsorción se ha estudiado el uso de materiales lignocelulósicos para remoción de contaminantes, principalmente metales, con diversos tipos de biomasa: cáscara de palma, cáscara de nuez, cáscara de coco, palmas, bagazo, entre muchos otros. Este interés se atribuye a su diversa composición, donde destaca la presencia de grupos funcionales en su superficie como carboxilos, carbonilos, fenólicos, entre otros (Kaur et al., 2024).

Se puede incrementar la capacidad de adsorción de un material lignocelulósico al hacer cambios en su superficie que modifiquen su morfología o le introduzcan grupos funcionales, estas modificaciones pueden ser químicas (oxidaciones, formación de complejos, etc.) o físicas mediante el uso de temperatura, además, se pueden sintetizar materiales híbridos o carbones activados (de Quadros Melo et al., 2016). Algunos ejemplos de materiales lignocelulósicos modificados y su capacidad de adsorción para distintos contaminantes se encuentran en la Tabla 1.4.

Tabla 1.4 Materiales lignocelulósicos modificados y su capacidad de adsorción.

Biomasa	**Modificación**	**Adsorbato**	**pH**	**Capacidad de adsorción mg/g**	**Cita**
Cáscara de coco	Sal cuaternaria de amonio	Nitrato, fosfato y sulfato	7	33.7 200 31.2	(de Lima et al., 2012)
Cáscara de coco	Aluminio	Fluoruro	5	3.12	(Mondal et al., 2015)
Fibra de coco	KOH	Fluoruro	5	6.5	(Talat et al., 2018)
Lirio Acuático	Tratamiento alcalino	Fluoruro	2 a 8	5.13	(Manna et al., 2015)
Lirio Acuático	Tratamiento ácido	Pb (II)	7	8.64	(Tsaniatri & Hargono, 2021)
Árbol de aguja *(Schima wallichii)*	KOH	Fluoruro	4	2.52	(Bhomick et al., 2019)

Paja de Maíz	$CeCl_3$	$PO4^{-3}$	3	77.7	(Wang et al., 2020)

1.5.5 Carbones activados y carbones activados modificados como materiales adsorbentes

El carbón activado es el adsorbente por excelencia gracias a propiedades como su gran área específica, estructura porosa, y cantidad de grupos funcionales en su superficie. Cualquier material carbonoso puede ser transformado en un carbón activado mediante métodos de activación física o química, y las propiedades finales del carbón dependerán tanto del material precursor, como de los métodos y condiciones de activación empleados (Bakhta et al., 2022).

El término “activación” se refiere al proceso físico o químico empleado para modificar la morfología del carbón mediante gasificación y/o grabado empleando un agente químico, estos agentes pueden ser hidróxidos alcalinos (KOH), sales alcalinas ($ZnCl_2$), ácidos (H_3PO_4), vapor de agua, CO_2, entre otros.

De ellos, el KOH suele generar áreas específicas muy grandes (Chun & Whitacre, 2017). Esta activación se lleva a cabo en dos pasos:

1. El KOH reacciona con el carbono formando potasio metálico (K), óxido de potasio (K_2O), carbonato de potasio (K_2CO_3) y gas hidrógeno (H_2), provocando la gasificación parcial del carbono.

2. El potasio metálico se infiltra en las capas del material carbonoso, expandiendo su estructura y llevando a la formación de microporos y mesoporos.

Las siguientes ecuaciones han sido reconocidas como las posibles involucradas en el proceso de activación de carbón con KOH (Chun & Whitacre, 2017):

$$4\,KOH + CH_2 \leftrightarrow K_2CO_3 + K_2O + 3H_2$$
$$6\,KOH + 2C \leftrightarrow 2K + 2K_2CO_3 + 3H_2$$

Los carbones activados tienen poca selectividad por el ion fluoruro, por eso, al buscar remover este contaminante, son modificados por medio de oxidación o impregnación. La oxidación ayuda a añadir grupos funcionales con selectividad aniónica a la superficie del carbón, esta se realiza con gases o soluciones oxidantes (Habuda-Stanić et al., 2014).

Por otro lado, la impregnación con sales metálicas ayuda a cargar la superficie del material positivamente para generar interacciones electrostáticas. Estas modificaciones buscan agregarle propiedades químicas a la superficie del material, manteniendo la morfología porosa y alta área específica para tener una alta cantidad de sitios de adsorción.

La eficiencia de remoción de fluoruro empleando carbones activados tiene una gran dependencia con el pH, y es favorecida por pH por debajo de 7 (Habuda-Stanić et al., 2014). En la Tabla 1.5 se muestran algunas publicaciones de investigaciones relacionadas con distintos tipos de carbones activados modificados con agentes para probar su capacidad de remoción de fluoruro u otros contaminantes aniónicos.

Tabla 1.5 Modificación de carbones activados para remoción de aniones.

Carbón activado	Modificación	Anión	pH	Capacidad de adsorción mg/g	Cita
Carbón activado comercial F400	Lantano (III)	F^-	7	9.98	(Vences-Álvarez, 2014)
Carbón activado de tallos de dátil	Al $(OH)_3$	F^-	6.15	20.05	(Bakhta et al., 2022)
Carbón activado de fibra de bambú	LDH	F^-	5.71	15.21	(Zhang et al., 2019)
Carbón Activado comercial	Nitrato de Cerio $Ce(NO_3)_3$	As(III) y As(IV)	6	10.3, 12.2	(Sawana et al., 2017)
Carbón activado comercial Sigma-Aldrich	g-C_3N_4	F^-	7.2	47	(Pei et al., 2024)
Carbón activado de semilla de aguacate	Nitrato de Cerio y Amonio	F^-	7	7	(Merodio-Morales et al., 2020)
Carbón activado comercial	Melamina	Hg (II)	4 a 9	295	(Qin et al., 2018)

1.5.6 Melamina y cerio como agentes modificantes

Melamina

La modificación de un material o carbón activado con algún compuesto con abundancia de nitrógeno puede aumentar la afinidad de dicho material por el fluoruro (Pei et al., 2024).

La melamina es un compuesto orgánico de fórmula $C_3H_6N_6$. Se presenta como un polvo blanco cristalino. Tiene muy poca solubilidad en agua a temperatura ambiente (> 1 mg mL^{-1}) y es ligeramente soluble en glicol, glicerol y etanol. Está constituida por un anillo de 1,3,5-triazina sustituido con tres grupos amino (-NH_2) (National Center for Biotechnology Information, 2025)

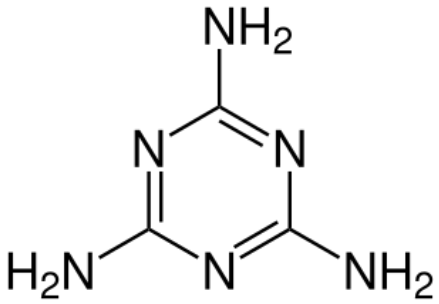


Figura 1.4 Estructura química de la melamina

Bajo condiciones específicas, como una temperatura mayor a 500 °C y una atmósfera inerte, la melamina se puede degradar a nitruro de carbono grafítico (g-C_3N_4). Al unir este compuesto a un material, los grupos nitrogenados en su superficie se pueden protonar a un pH ácido, concediéndole una carga positiva y ayudando a remover los aniones de fluoruro por medio de interacciones electrostáticas (Wei et al., 2022). Un estudio de adsorción de fluoruro empleando g-C_3N_4 (Pei et al., 2024), reporta un posible mecanismo de adsorción atribuido a la complejación entre el fluoruro y los grupos C-N y C=N encontrados en el g-C_3N_4. Existen otros precedentes en la bibliografía sobre el uso de materiales que incorporan melamina en su estructura para remover otro tipo de contaminantes, como nitratos y fosfatos mediante intercambio iónico (Banu & Meenakshi, 2017; Sowmya & Meenakshi, 2014).

Cerio

Las tierras raras como el lantano o el cerio suelen ser empleadas para la modificación de materiales cuando se busca adsorber fluoruro. Se ha encontrado que hay una gran afinidad química entre estos elementos y algunos aniones como el fluoruro, el fosfato y el arseniato. Estos elementos, además, suelen ser estables en un rango de pH más amplio, evitando su disolución o degradación química. El proceso de adsorción empleando tierras raras se puede dar por medio de dos mecanismos, por un lado, las sales metálicas forman complejos y se realiza un intercambio de ligandos. Por otro lado, la impregnación con tierras raras carga positivamente la superficie del material, creando interacciones electrostáticas (Filippova et al., 2023).

En comparación con otras tierras raras, las sales de cerio son relativamente más accesibles en cuanto a disponibilidad y precio. Además, poseen propiedades favorables, como estados de oxidación variables y un radio iónico mayor (Guo et al., 2025).

Se ha demostrado que la incorporación de cerio en materiales adsorbentes favorece la formación de grupos hidroxilo en la superficie, dando paso a un mecanismo de adsorción por intercambio iónico en el que se tiene inicialmente un complejo entre el cerio y un ligando hidroxilo (-OH) en la superficie del metal y gracias a su afinidad por el fluoruro, este va a desplazar al hidroxilo, quedando el fluoruro unido al metal, como muestra la siguiente ecuación (Merodio-Morales et al., 2020).

$$\equiv Ce - OH \ + F^- \rightarrow \equiv Ce - F^- + OH^-$$

donde ≡ representa la superficie del material

El proceso de modificación de los materiales con cerio suele involucrar una impregnación y un tratamiento térmico; Un estudio realizado por Audebrand et al., (1996),

demostró que el nitrato de cerio y amonio, $(NH_4)_2Ce(NO_3)_6$ experimenta una descomposición térmica en dos etapas. Mediante difracción de rayos X se identificó inicialmente la formación simultánea de CeO_2 y una fase intermedia de Ce (III), $Ce_2(NH_4)_3(NO_3)_9$, la cual posteriormente se transforma en CeO_2. Este proceso ocurre principalmente alrededor de los 200 °C. Este proceso implica un cambio en el estado de oxidación del cerio de Ce (IV) a Ce (III) y nuevamente a Ce (IV) durante el tratamiento térmico. En este sentido, el nitrato de cerio y amonio es empleado como precursor para incorporar óxido de cerio a la superficie del material debido a su afinidad por el ion fluoruro (Kang et al., 2017).

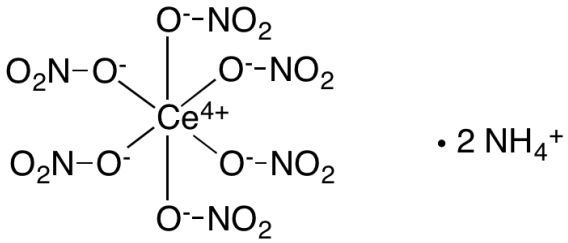


Figura 1.5 Estructura de Nitrato de Cerio y Amonio

Otro mecanismo que se ha asociado a la remoción de fluoruro con cerio es la atracción electrostática. A un mayor pH la superficie del material puede protonarse y posteriormente atraer al anión como se muestra en la siguiente ecuación (Zaidi et al., 2021).

$$\equiv Ce - OH \ + H^+ \rightarrow \equiv Ce - OH_2^+$$

donde ≡ representa la superficie del material.

Diversos autores han utilizado distintas sales de cerio como cloruro de cerio ($CeCl_3$)(Wang et al., 2020b), nitrato de cerio y amonio $(NH_4)_2Ce(NO_3)_6$ (Merodio-Morales et al., 2020) (Zúñiga-Muro et al., 2017) y nitrato de cerio ($Ce(NO_3)_3$) (Guo et al., 2025), (Sawana et al., 2017) para funcionalizar la superficie de distintos materiales, entre

carbones activados, carbones de hueso y biochar, buscando la remoción de fluoruro del agua, estos estudios reportan un mecanismo de adsorción de complejación e intercambio iónico como se describe anteriormente.

1.6 Lirio Acuático

1.6.1 Origen y distribución

El lirio acuático también conocido como jacinto de agua común (*Eichhornia crassipes*) es una planta acuática flotante perteneciente a la familia de las Pontederiaceae, de la clase monocotiledónea (Pooja Avinash Chacherkar et al., 2024)

En la Figura 1.6 se observa la clasificación taxonómica del lirio acuático, esta planta forma parte de la división Magnoliophyta, a donde pertenecen las plantas con flores, y del género *Eichhornia*, integrado por diversas especies flotantes de regiones tropicales en Sudamérica sostenidas por un característico tallo esponjoso.

Es nativa de América del Sur, específicamente de la Selva Amazónica, pero se ha extendido a zonas tropicales y subtropicales como especie invasora. Actualmente se encuentra presente en todos los continentes excepto en la Antártida (GBIF.org, 2026), como se observa en la Figura 1.7.

Esta planta tiene la característica de reproducirse muy rápida y fácilmente, además de ser muy resistente y adaptable a los cambios en su ambiente, como variaciones de pH, temperatura y disponibilidad de nutrientes, por lo cual, se ha clasificado como una de las especies invasoras más agresivas (Ben Bakrim et al., 2022).

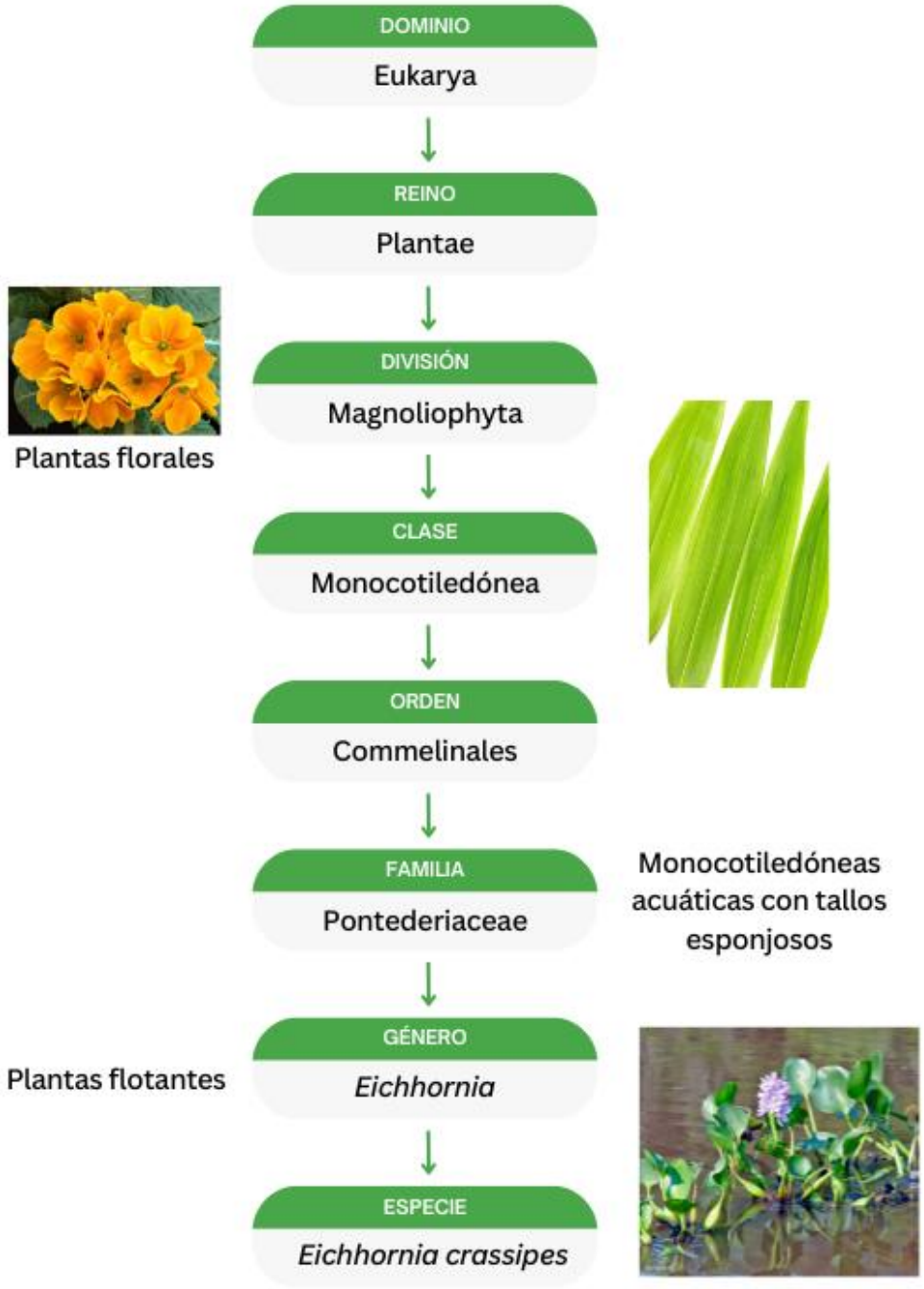


Figura 1.6 Clasificación taxonómica del lirio acuático (Pooja Avinash Chacherkar et al., 2024).

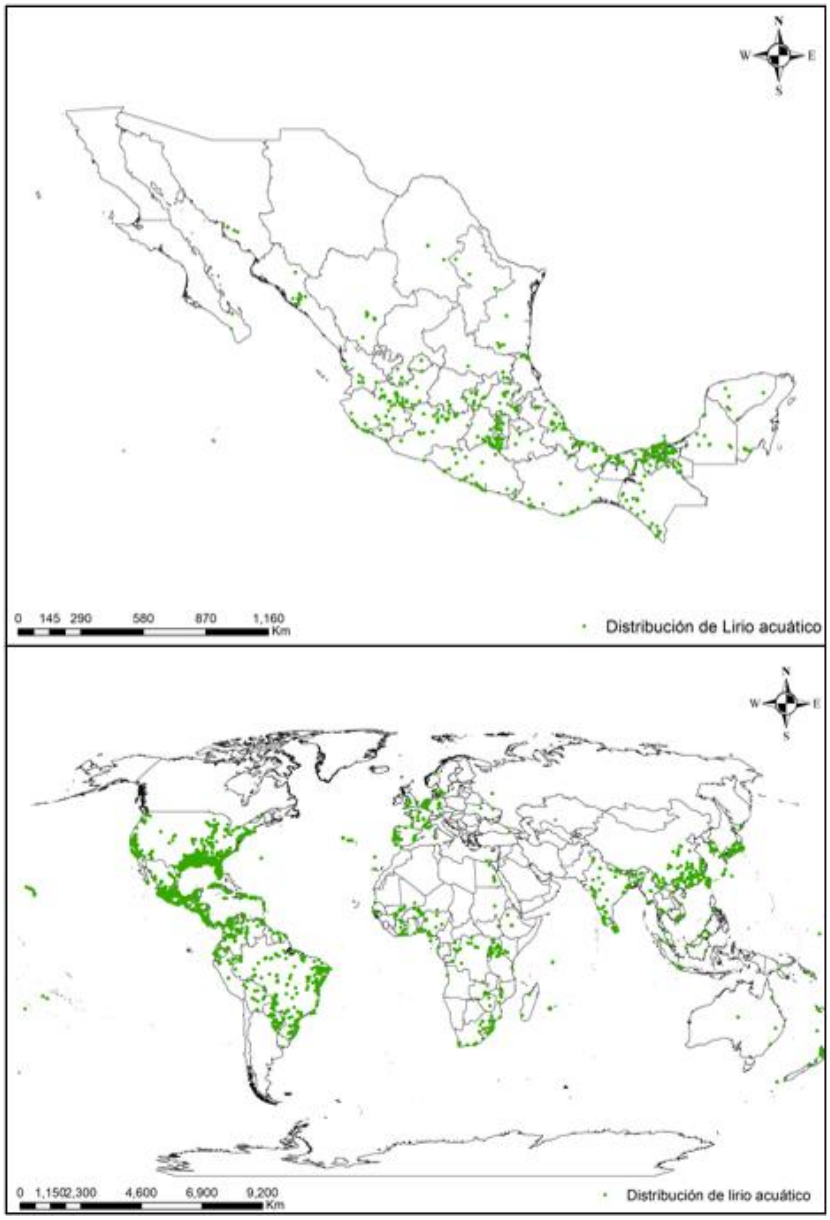


Figura 1.7 Distribución de lirio acuático en México y global (con datos de GBIF.org, 2026)

1.6.2 Composición

Eichhornia crassipess es una macrófita acuática flotante. Es una planta perenne, es decir, que puede vivir por más de dos años. Se reproduce tanto por reproducción vegetativa o asexual a través de ramificaciones formadas desde las yemas axilares, como por reproducción sexual mediante semillas (Kriticos & Brunel, 2016).

La morfología del lirio acuático se observa en la Figura 1.8. Esta especie se caracteriza por tener hojas gruesas en forma de roseta color verde vivo y brillantes con un peciolo de 4 a 30 cm de longitud, en su tallo tiene bulbos esponjosos e inflados de hasta 15 cm.

Su flor está dispuesta en espigas y posee color violeta, comúnmente está compuesta de seis pétalos y se puede presentar a lo largo de todo el año bajo condiciones climáticas favorables.

Tiene una única raíz que se subdivide en raíces laterales, formando un gran sistema radicular que la ayuda a absorber nutrientes fácilmente del agua, esta raíz es fibrosa, de apariencia oscura y de longitud de 30 cm a 1.5 m.

Su semilla se hunde en el agua y permanece latente durante la temporada de frío o sequía, cuando llega el calor estas germinan y crecen nuevos individuos.

En regiones con temperaturas de 25 °C o menores, las semillas pueden permanecer inactivas por hasta 20 años. De 20 a 35 °C se favorecen los procesos de germinación, mientras que, por arriba de estas, se favorece el crecimiento acelerado de la especie, por lo tanto, se asienta mejor en climas cálidos, pero también resiste climas fríos, siendo altamente sensible sólo a temperaturas menores a 5 °C (Ben Bakrim et al., 2022).

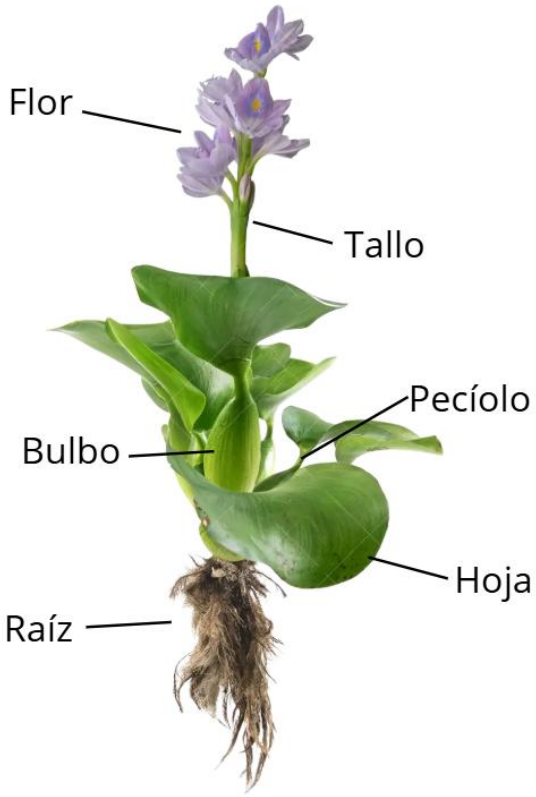


Figura 1.8 Morfología del Lirio Acuático (Ho Thanh, 2012)

El lirio está compuesto principalmente por polímeros orgánicos como celulosa, hemicelulosa y lignina, compuestos inorgánicos como nitrógeno, fósforo, magnesio, calcio y potasio, ácidos grasos volátiles y proteínas. La proporción de cada componente depende de la parte de la planta, así como del ecosistema en el que crece. En peso, el agua representa alrededor de un 80 a 90% de su peso total (Sosa-Reyes et al., 2023).

1.6.3 Problemática del lirio acuático

Una especie invasora es aquella que se introduce y prolifera de manera no controlada en una zona en la que no es nativa, provocando efectos negativos al ecosistema, a la salud o a la economía, como el desplazamiento de especies nativas,

pérdida de biodiversidad, introducción de patógenos, entre otros. Estas especies tienen una gran capacidad de adaptación a las distintas condiciones del medio y sus cambios.

Aunque es nativa de Sudamérica, el lirio acuático se ha distribuido en más de 70 países en todo el mundo por diversos factores como la transferencia de semillas por aves migratorias, desechos agrícolas y por obra del humano que la ha cultivado con fines ornamentales por su llamativa flor violeta.

El lirio llegó a México a inicios del siglo XX y se ha distribuido rápidamente principalmente en zonas de temperatura templada.

La propagación descontrolada de lirio acuático en cuerpos de agua tiene múltiples efectos negativos;

i) Efectos en la salud. Por la propagación de mosquitos, parásitos y otras plagas y las enfermedades que éstos portan.

ii) Impacto económico. Daños a la infraestructura de presas, costos de control y erradicación, impedimento del desarrollo de actividades recreativas y turísticas. Obstaculiza el acceso al agua para actividades agrícolas y ganaderas. Afectación de actividades pesqueras y de plantas hidroeléctricas. Dificulta las labores de potabilización del agua.

iii) Daños a la biodiversidad y ecosistemas. La presencia de esta especie genera pérdidas de agua por consecuencia de la evapotranspiración. Reduce los niveles de oxígeno en el agua e impide el paso de luz, afectando el proceso de fotosíntesis y generando condiciones anaerobias que cambian las características fisicoquímicas del agua, como el pH, temperatura, demanda de oxígeno, conductividad, sólidos disueltos. Todo esto interfiere con las funciones de los organismos nativos, afectando todos los

eslabones de la cadena alimenticia, desde vertebrados e invertebrados, hasta el fitoplancton (CONABIO, 2015)

Además de la proliferación causada por el humano, una causa del crecimiento acelerado del lirio en cuerpos de agua es la eutrofización; una condición que se da cuando el agua posee exceso de nutrientes, principalmente fósforo y nitrógeno, debido a la descarga de aguas residuales y uso de fertilizantes. La presencia de estos nutrientes genera condiciones ideales para el crecimiento del lirio acuático y otras plantas y algas.

1.6.4 Aprovechamiento del lirio en el tratamiento de agua

Se han buscado múltiples usos de la especie para su aprovechamiento, algunos de ellos son la generación de biogás, abono para composta, alimento para algunos animales, y fitorremediación(Rodríguez-Lara et al., 2021). El lirio acuático se ha empleado como fitorremediador por procesos como bioacumulación, fitoestabilización, rizofiltración y fitodegradación, por los cuales remueve metales pesados. Además, por su alto contenido de lignocelulosa, se puede emplear como bioadsorbente; se ha demostrado su capacidad de adsorción de diversos contaminantes como metales, organofosforados y colorantes como material crudo; sin embargo, el lirio puede ser modificado química o físicamente para remover una gama más amplia de contaminantes y, por su contenido de carbono, es un gran precursor para la síntesis de carbón activado.

2. Síntesis de materiales modificados a partir de lirio acuático para la remoción de contaminantes

2.1 Introducción

La presencia de fluoruro en agua destinada a consumo humano representa un problema tanto ambiental como de salud pública. Entre alternativas disponibles para su remoción, la adsorción destaca por su simplicidad, bajo costo de operación y la posibilidad de emplear materiales de origen natural como residuos agroindustriales o biomasa de especies invasoras.

Por otro lado, la problemática derivada de la proliferación de lirio acuático en cuerpos de agua dulce ha provocado interés en su uso como materia prima para aplicaciones ambientales como estrategia de control de la especie.

El lirio acuático se ha estudiado como material adsorbente por su estructura lignocelulósica y grupos funcionales en su superficie; no obstante, la mayor parte de estos estudios se han enfocado a la remoción de metales pesados gracias a la afinidad del lirio por estos. Sin embargo, también se ha reportado que el lirio se puede funcionalizar mediante procesos de modificación para ampliar su aplicación a la remoción de otros contaminantes.

En la búsqueda de emplear este material para sintetizar materiales capaces de remover fluoruro del agua, se han explorado distintos métodos de modificación, entre ellos la modificación química empleando tierras raras como el cerio, las cuales han mostrado afinidad por el fluoruro en la bibliografía, así como compuestos ricos en nitrógeno como la melamina, que aunque ha sido poco estudiada en procesos de

remoción de aniones, puede añadir características químicas a la superficie del material que favorezcan interacciones con especies como el fluoruro.

Además, los procesos térmicos como la pirólisis contribuyen a mejorar y potenciar las propiedades de textura del material, incrementando el área específica y porosidad, lo que puede favorecer la adsorción del anión.

Desde una perspectiva ambiental, el aprovechamiento de lirio acuático como materia prima para la síntesis de adsorbentes permite atender de forma simultánea dos problemáticas relevantes para la calidad del agua y el medio ambiente en San Luis Potosí y el centro del país.

El objetivo de este capítulo es estudiar el desempeño y las características de los materiales de lirio acuático y lirio acuático modificado con cerio y melamina como adsorbentes de fluoruro en solución acuosa, así como las condiciones óptimas de modificación con la finalidad de evaluar su potencial como alternativa sustentable para el tratamiento del agua y el aprovechamiento de una especie invasora.

2.2 Materiales y Métodos

2.2.1 Obtención de materia prima

Las plantas de lirio acuático fueron recolectadas manualmente de un canal ubicado dentro del Parque Tangamanga I, el segundo bosque urbano más grande del país, localizado en la ciudad de San Luis Potosí, México. Este canal desemboca en el Lago Mayor del mismo parque, que recibe escurrimientos de la Sierra de San Miguelito y es el cuerpo de agua más grande localizado dentro de la Zona Urbana. Se seleccionó este sitio de recolección por ser una zona de fácil acceso, donde la biomasa se encuentra en condiciones favorables para su uso y de manera abundante. Diversas muestras de la

planta, de distintos tamaños, fueron recolectadas directamente de distintos puntos del canal donde los lirios se vieron sanos. Una vez extraídas del canal, en el sitio las muestras fueron sacudidas para eliminar el exceso de tierra, agua e insectos, y se almacenaron en bolsas para su traslado al laboratorio donde posteriormente se llevó a cabo el proceso de lavado y secado.



Figura 2.1 Labores de recolección de lirio acuático

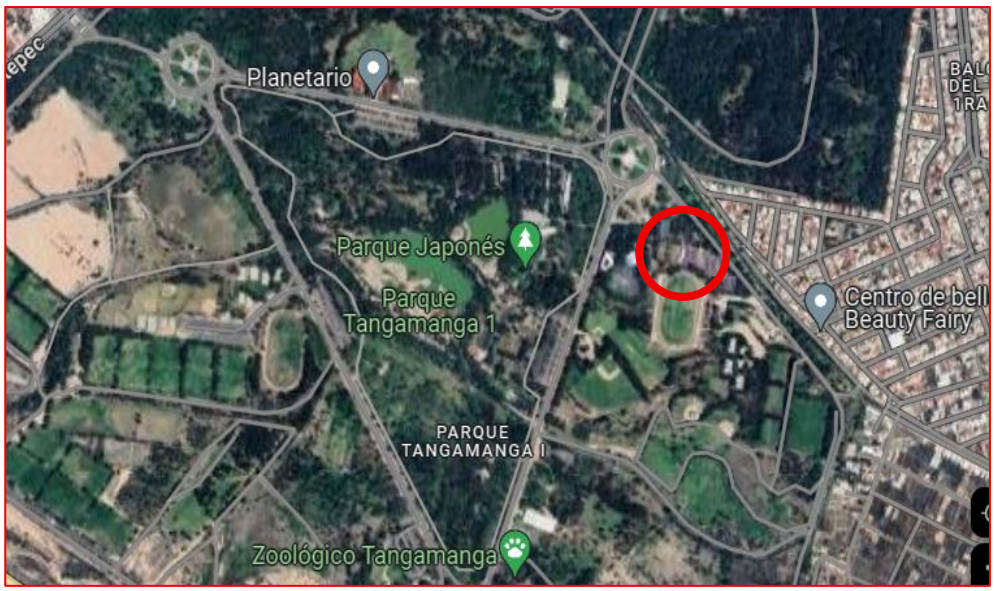


Figura 2.2 Sitio de recolección del lirio acuático

Además, se tomaron parámetros fisicoquímicos (temperatura, pH, conductividad eléctrica, sólidos disueltos totales y oxígeno disuelto) del agua del canal donde fue recolectada empleando un medidor multiparámetro de la marca Milwaukee, modelo MI 805, y un medidor de oxígeno disuelto de la marca Hanna Instruments, modelo HI9146. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 2.1, revelando que el agua del sitio es ligeramente alcalina, con altos valores de oxígeno disuelto, asociados a una alta actividad fotosintética. Además, la temperatura y altos valores de conductividad y sólidos disueltos (STD) que indican la presencia de nutrientes, demuestran que en el canal hay condiciones que favorecen la presencia y el crecimiento de lirio acuático.

Tabla 2.1 Parámetros fisicoquímicos del agua en el sitio de recolección

Sitio de recolección	**22°7'47''N, 100°59'45''O**
Temperatura (°C)	26.9
pH	8.59
Conductividad (µS)	793
STD (ppm)	396
OD (ppm)	9.5
OD (%)	115.6

Para obtener la materia prima a partir del lirio acuático, que posteriormente se empleó para la síntesis de adsorbentes, la planta obtenida fue secada al sol durante 48 horas para eliminar la mayor cantidad posible de agua de su estructura. Posteriormente, se le realizaron lavados con suficiente agua de grifo para que perdiera cualquier tipo de impureza, como tierra, material suspendido e insectos, y después fue enjuagado con abundante agua desionizada. Una vez limpio, el lirio fue secado en una estufa a 80 °C durante 36 horas, se molió y tamizó con mallas 10, 20, 30, 40 y 60 y se guardó en recipientes herméticos de polipropileno. Se calculó el rendimiento de material obtenido con respecto del lirio recolectado, el cual resultó ser del 23 % al perder la mayor parte de su humedad tras el secado al sol.

Las imágenes del proceso de preparación del lirio acuático se presentan en la Figura 2.3:

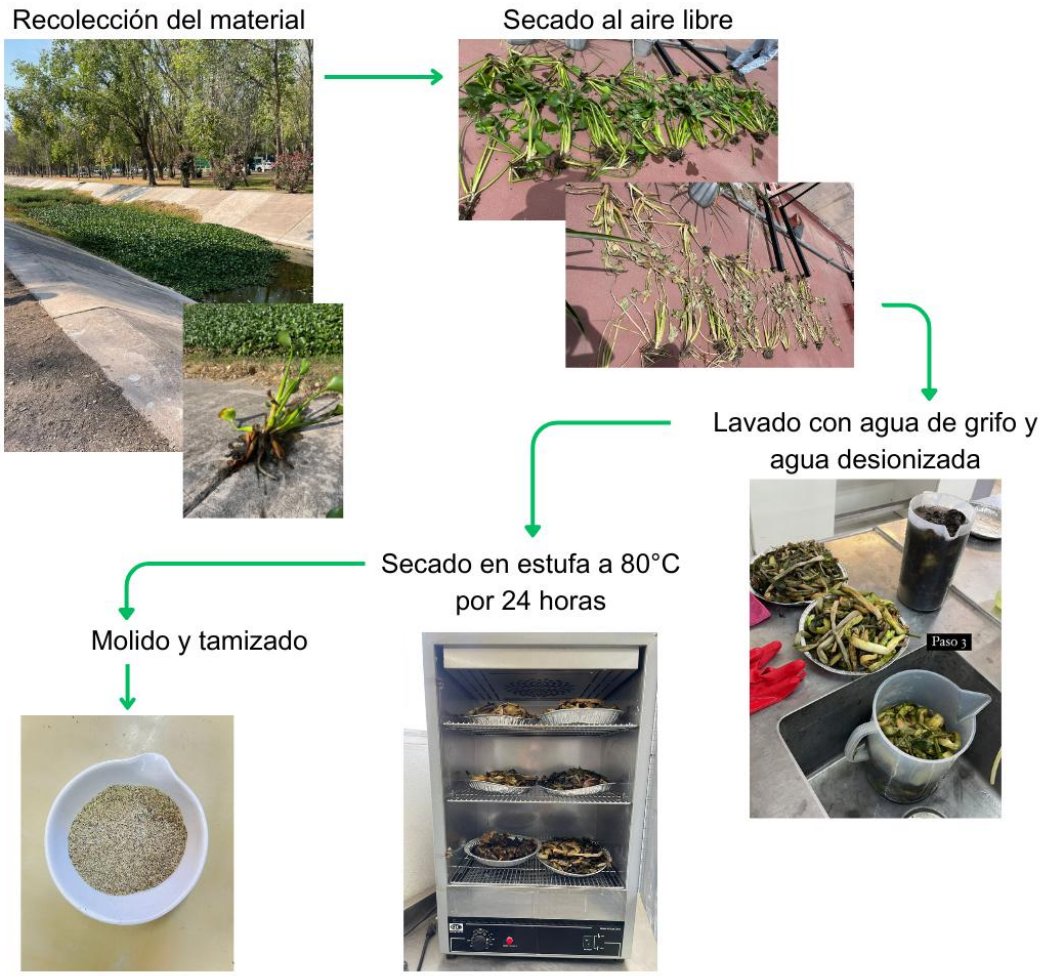


Figura 2.3 Proceso de preparación del lirio acuático

2.2.2 Síntesis de materiales adsorbentes

Diversos materiales adsorbentes fueron sintetizados a partir del lirio acuático. Para la síntesis, se seleccionaron las fracciones retenidas entre las mallas 20, 30 y 40, con tamaños de partícula de 0.40 a 0.85 milímetros. Se buscó obtener materiales de clasificación granular y granular fino, y dejar fuera los polvos finos y las partículas gruesas debido a que, una partícula más gruesa presenta menor área de contacto para el

contaminante y una partícula demasiado fina dificulta la separación del material en el medio acuoso posterior a la adsorción. (General Carbon Corporation, 2026)

Primeramente, se carbonizó el lirio acuático mediante un proceso de pirólisis con el objetivo de obtener un material precursor más poroso, que posteriormente pudiera ser modificado químicamente. La pirólisis se llevó a cabo en un horno tubular marca Carbolite, modelo TZF, bajo un flujo continuo de gas nitrógeno de 150 mL min^{-1}, a 400 °C durante 1 hora, con una rampa de calentamiento de 5 °C min^{-1}. El proceso se realizó por lotes de 15 gramos de lirio seco, obteniéndose aproximadamente 6,3 gramos de material pirolizado, lo que corresponde a un rendimiento del 42 % debido a la perdida de agua de la estructura del lirio. Otros materiales lignocelulósicos pirolizados a 400 °C han mostrado porcentajes de rendimiento similares, como es el caso de tallos de chícharo (29.8 %), bambú (32.2 %), y cáscara de arroz (54 %) (Rambhatla et al., 2025; Sahoo et al., 2021)

Al finalizar la pirólisis, el horno se dejó enfriar bajo el flujo de nitrógeno hasta alcanzar los 100 °C antes de retirar el material del horno.

El procedimiento se ilustra en la siguiente Figura.



Figura 2.4 Procedimiento de pirólisis de lirio acuático.

Los materiales obtenidos de esta primera fase de síntesis se denominaron L y LP y se indican en la Tabla 2.2.

Tabla 2.2 Materiales sintetizados sin modificar

#	Material	Abreviatura
1	Lirio Acuático Seco	L
2	Lirio acuático pirolizado	LP

2.2.2.1 Modificación química con cerio

La primera modificación química del lirio y su pirolizado se hicieron con nitrato de cerio y amonio $(NH_4)_2[Ce(NO_3)_6]$, una sal de cerio soluble en agua, con apariencia cristalina y color naranja, con una masa molar de 548.218 g mol^{-1}.

Esta modificación se realizó empleando distintas concentraciones de solución de cerio y temperaturas de tratamiento térmico, con el objetivo de determinar las mejores condiciones de concentración y temperatura para la remoción del contaminante de interés. Los parámetros de temperatura y concentración fueron determinados con base en experimentos similares encontrados en la revisión bibliográfica (Merodio-Morales et al., 2020; Sawana et al., 2017; Tao et al., 2020; Vences-Álvarez, 2014; Wang et al., 2020).

Para la primera modificación se prepararon 200 mL de solución 0.05 M de nitrato de cerio y amonio, disolviendo 5.57 g de sal en agua desionizada en un matraz aforado de 200 mL. En un vaso de precipitado se añadió la solución con 4 g de material precursor (lirio o pirolizado). La mezcla se mantuvo en agitación magnética durante 2 horas, seguida de 12 horas de reposo, para buscar la impregnación del cerio sobre el material. Para evaporar el agua, la mezcla se colocó sobre una placa de calentamiento a 80 °C bajo una fuente de luz infrarroja durante 8 horas. Inicialmente, se consideró que la radiación infrarroja podría favorecer el proceso de impregnación; sin embargo, en el presente trabajo su función se limitó al secado de los materiales y no se evaluó de manera

independiente su efecto sobre la impregnación, de cualquier manera, su utilización se consideró conveniente debido a que permite realizar el secado de manera más rápida, al transferir energía directamente a la muestra.

Este proceso se realizó tres veces con el objetivo de obtener tres materiales a los cuales someter a un tratamiento térmico a tres temperaturas distintas: 400, 600 y 800 °C, en un horno tubular bajo flujo continuo de gas nitrógeno de 150 mL min^{-1}, durante 1 hora, con una rampa de calentamiento de 5 °C min^{1}. Después de enfriar, los materiales se filtraron y lavaron con una bomba de vacío hasta alcanzar un pH constante. Finalmente se secaron en estufa por 12 horas a 90 °C y se guardaron en recipientes de polipropileno.

En la Figura 2.5 se ilustra un esquema de la modificación con cerio.

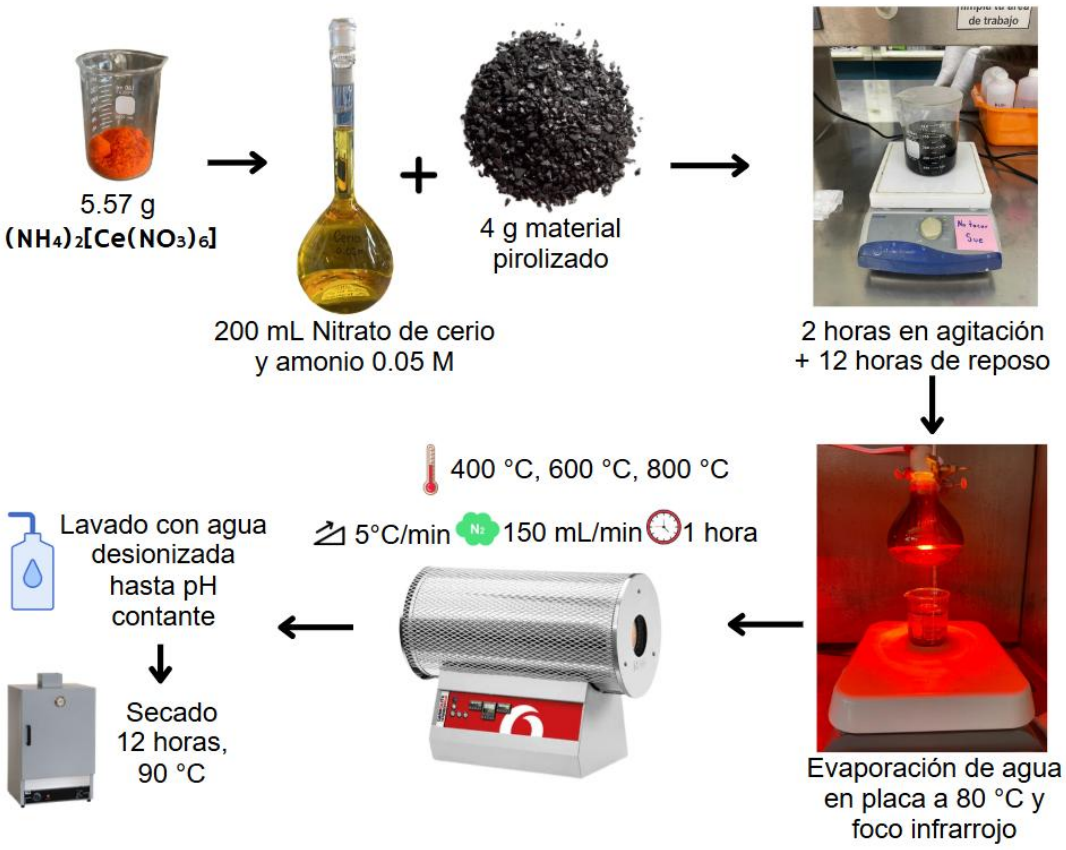


Figura 2.5 Proceso de modificación con cerio

Después de realizar pruebas preliminares de adsorción con los tres materiales, se determinó que la temperatura óptima de tratamiento térmico fue de 600 °C, es decir, el material tratado a esa temperatura fue el que pudo remover más fluoruro.

Con esa información, se hicieron dos experimentos adicionales variando la concentración de solución de cerio y sometiendo ambas muestras a un tratamiento térmico a 600 °C.

Las concentraciones utilizadas fueron 0.025 M, empleando 2.80 g de sal, y 0.1 M, con 11.19 g de esta. El proceso seguido fue el mismo descrito previamente.

Se obtuvo un total de 7 materiales modificados con cerio, variando la concentración de la solución y/o la temperatura del tratamiento térmico. Los materiales obtenidos se describen en la Tabla 2.3.

Tabla 2.3 Materiales modificados con cerio

#	Material	Abreviatura
3	Lirio + cerio 0.05 M	L + Ce 0.05 M
4	Pirolizado de lirio + cerio 0.05 M	PL + Ce 0.05 M
5	Pirolizado de lirio + cerio 0.05 M, 400 °C	PL + Ce 0.05 M 400
6	Pirolizado de lirio + cerio 0.05 M, 600 °C	PL + Ce 0.05 M 600
7	Pirolizado de lirio + cerio 0.05 M, 800 °C	PL + Ce 0.05 M 800
8	Pirolizado de lirio + cerio 0.1 M, 600 °C	PL + Ce 0.1 M 600
9	Pirolizado de lirio + cerio 0.025 M, 600 °C	PL + Ce 0.025 M 600

2.2.2.2 Modificación con melamina

La segunda modificación que se realizó sobre el pirolizado de lirio fue empleando melamina, como se describe en la sección 1.5.6; este compuesto orgánico busca añadir grupos nitrogenados a la superficie del material.

El proceso de modificación fue muy similar al del cerio: se evaluaron distintas temperaturas para el tratamiento térmico y distintas proporciones de melamina respecto al material precursor para determinar las condiciones óptimas de concentración y temperatura para la remoción del contaminante.

Para las síntesis con proporción 1:1 se pesaron 4 g de melamina y 4 g de material precursor (lirio seco o lirio pirolizado), a esto se añadieron 40 mL de etanol como disolvente y se mantuvieron 5 horas en agitación magnética. Para evaporar el etanol, la mezcla se colocó sobre una placa de calentamiento a 80 °C bajo un foco infrarrojo durante 4 horas hasta obtener únicamente producto sólido.

El material obtenido con lirio acuático seco y lirio pirolizado se dejó secar completamente y se almacenó en recipientes herméticos de polipropileno. El resto de los lotes, obtenidos con lirio pirolizado, se sometió a un tratamiento térmico a 400, 600 y 800 °C en horno tubular, bajo un flujo continuo de gas nitrógeno de 150 mL min^{-1}, durante 1 hora, con una rampa de calentamiento de 5 °C min^{-1}.

Después de enfriar, los materiales se lavaron al vacío con una bomba peristáltica hasta alcanzar un pH constante. Finalmente, se secaron en estufa por 12 horas a 90 °C y se almacenaron en recipientes de polipropileno.

El proceso de modificación con melamina se observa en la Figura 2.6:

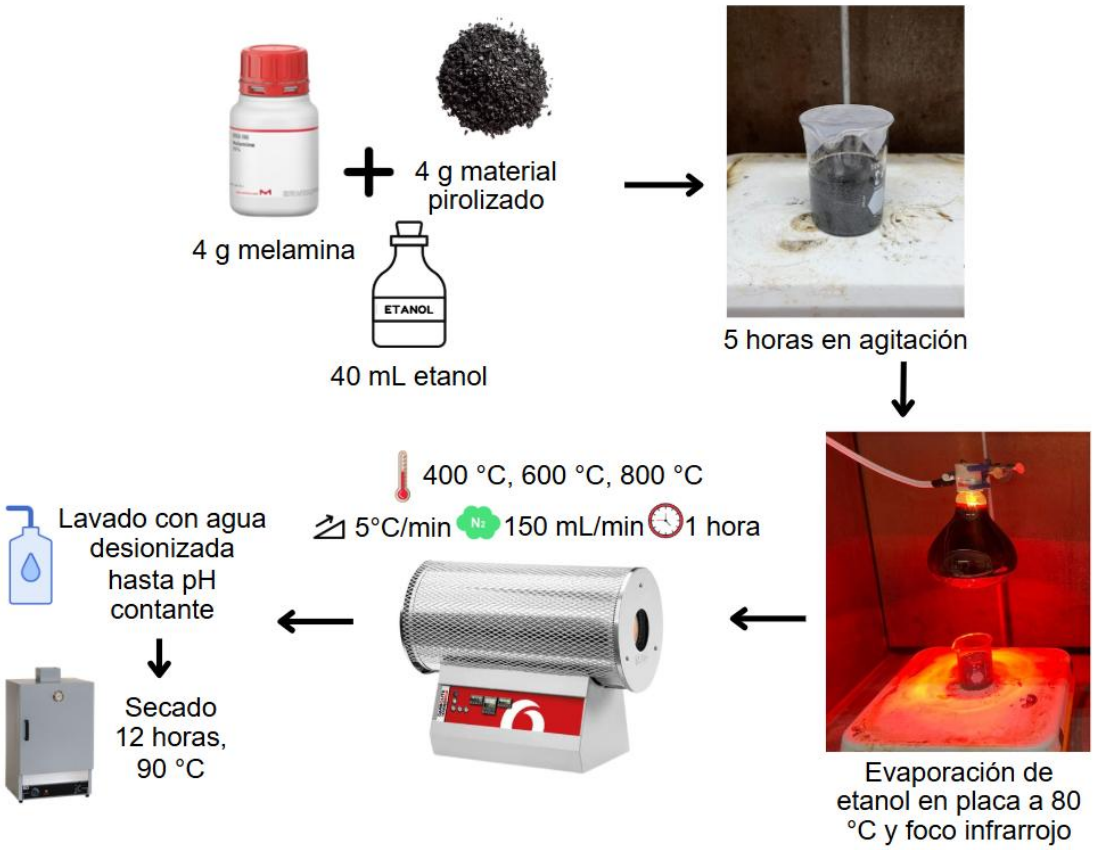


Figura 2.6 Proceso de modificación con melamina

Después de realizar pruebas preliminares de adsorción, se determinó que la temperatura óptima de tratamiento térmico fue de 800 °C debido a que el material sintetizado a esta temperatura mostró una mayor capacidad de remoción de fluoruro en comparación a las otras dos temperaturas probadas.

Se hicieron dos modificaciones adicionales al lirio pirolizado a 800 °C; la primera con una relación 1:2 en masa, es decir, 2 g de melamina para 4 g de lirio pirolizado, y la segunda con una relación 1:1.5 donde se utilizaron 2.7 g de modificante. Las pruebas se hicieron en decremento ya que tras la primer modificación se observó una saturación de material que se muestra en la sección 2.3.1.1. El proceso seguido fue el mismo descrito previamente.

Se obtuvo un total de 7 materiales modificados con melamina, variando la concentración de la solución y/o la temperatura del tratamiento térmico. Los materiales se describen en la Tabla 2.4.

Tabla 2.4 Materiales modificados con melamina

#	Material	Abreviatura
10	Lirio + Melamina 1:1	L + M 1:1
11	Pirolizado de lirio + Melamina 1:1	PL + M 1:1
12	Pirolizado de lirio + Melamina 1:1, 400 °C	PL + M 1:1 400
12	Pirolizado de lirio + Melamina 1:1, 600 °C	PL + M 1:1 600
14	Pirolizado de lirio + Melamina 1:1, 800 °C	PL + M 1:1 800
15	Pirolizado de lirio + Melamina 1.5:1, 800 °C	PL + M 1.5:1 800
16	Pirolizado de lirio + Melamina 2:1, 800 °C	PL + M 2:1 800

Las temperaturas para los tratamientos térmicos (400, 600 y 800 °C) fueron seleccionadas considerando un rango reportado en diversos antecedentes para la modificación térmica de materiales lignocelulósicos y carbones activados (Le & Jeong, 2015; Merodio-Morales et al., 2020; Qin et al., 2018; Sawana et al., 2017; Wang et al., 2020b) buscando evaluar distintos grados de transformación de los materiales, desde tratamientos de menor severidad térmica, hasta temperaturas más altas que permitieran evaluar los efectos de la posible transformación de los precursores a otras especies como CeO_2 para el cerio y g-C_3N_4 para la melamina, como se reporta en la sección 1.5.6.

2.2.3 Equilibrio de adsorción de fluoruro sobre materiales adsorbentes

Para determinar el equilibrio de adsorción de todos los materiales obtenidos (1-16), se realizaron pruebas de adsorción en un sistema de lote. Los experimentos se llevaron a cabo en tubos de polipropileno de centrífuga de 50 mL, en los cuales se

colocaron 0.05 g de cada material y 40 mL de una solución de fluoruro con concentración de 10 mg L^{-1}.

Previo al contacto con los materiales, la solución de fluoruro fue ajustada a valores de pH de 5, 7 y 9, respectivamente, es decir, por cada material se hicieron 3 experimentos independientes a un pH distinto con el fin de evaluar su efecto sobre el proceso de adsorción.

Los materiales se mantuvieron en contacto con la solución por 7 días, durante los cuales el sistema se mantuvo a una temperatura constante de 25 °C, además, dos veces por día las muestras fueron agitadas en un agitador orbital por 10 minutos y el pH fue ajustado para mantenerlo constante empleando soluciones de NaOH y HCl en concentraciones de 0.1 y 0.01 N según se requiriera, el volumen agregado se consideró insignificante y no se calculó en el volumen final. Además, se reservó una alícuota de 10 mL de las soluciones de fluoruro para evaluar la concentración inicial de los experimentos.

La masa de fluoruro adsorbida en cada experimento se calculó con el siguiente balance de masa:

$$q = \frac{V\ (C_0 - C_e)}{m}$$

Donde:

q = masa de fluoruro adsorbida por unidad de masa de adsorbente (mg g^{-1}).

V = volumen inicial de solución de fluoruro (L).

C_0 = Concentración inicial de fluoruro (mg L^{-1}).

C_e = Concentración de fluoruro en equilibrio (mg L^{-1}).

m = masa de adsorbente (g).

2.2.3.1 Isotermas de adsorción

Una vez obtenidos los datos del equilibrio de adsorción de cada material para una misma concentración inicial de adsorbato, se seleccionaron aquellos dos que presentaron la mayor remoción de masa de fluoruro, uno modificado con cerio y uno modificado con melamina, para someterlos a las pruebas de isotermas de adsorción con el objetivo de establecer una relación entre la masa adsorbida en equilibrio (q_e) y la concentración en equilibrio (C_e).

Los experimentos del equilibrio de adsorción se realizaron colocando 0.1 g de material y 80 mL de solución en frascos de polipropileno de 100 mL. Cada material se evaluó con soluciones de fluoruro de 6, 8, 10, 20 y 30 mg L^{-1} a un pH único de 7 y temperatura de 25 °C. Estas concentraciones se seleccionaron para cubrir un rango representativo y obtener la capacidad máxima de adsorción, para así permitir la correcta construcción de las isotermas.

Al igual que los experimentos descritos anteriormente, las muestras fueron agitadas para favorecer el contacto entre el adsorbato y el adsorbente, y el pH se monitoreó y ajustó diariamente con soluciones de NaOH y HCl en concentraciones de 0.1 y 0.01 N.

Los resultados experimentales obtenidos fueron ajustados a los tres modelos de isotermas de adsorción descritos en la sección 1.5.2: Langmuir, Freundlich y Prausnitz-Radke. Aquellas que mostraron el mejor ajuste con el menor porcentaje de error, fueron empleadas para interpretar los datos del equilibrio de adsorción.

2.2.3.2 Determinación de fluoruro en solución acuosa

Para determinar la concentración de fluoruro en agua en las pruebas de adsorción, se utilizó el método de electrodo selectivo de iones 4500-F; este funciona utilizando un

electrodo con un sensor selectivo de iones de fluoruro compuesto por un cristal de fluoruro de lantano.

El electrodo mide la actividad de los iones en función de su fuerza iónica y el pH. A esto se adiciona una solución tampón de ajuste de fuerza iónica total (TISAB) para crear una solución con fuerzas iónicas uniformes y evitar interferencias, así como mantener el pH arriba de 5 y evitar la formación de ácido fluorhídrico y otros complejos (Thermo Fisher Scientific, 2024).

La curva de calibración se realizó con soluciones estándar de concentraciones de 1, 4, 6, 10, 14, 18 y 20 mg L^{-1} preparadas con volúmenes de solución patrón y TISAB con relación 1:1. Se hizo la medición de voltaje colocando el electrodo dentro de cada solución en agitación magnética por 120 segundos hasta su estabilización. Los resultados en mV se grafican en función del logaritmo natural de la concentración como se muestra en la fórmula:

$$Ln\,(C) = b + \ a \cdot (mV)$$

Para cada prueba de equilibrio de adsorción realizada, se tomó con una micropipeta una muestra de 3 mL, a la que se agregaron 3 mL de TISAB; posteriormente, se introdujo el electrodo en la solución en agitación magnética durante 120 segundos hasta su estabilización. Se tomó la lectura del electrodo en mV y se despejó la fórmula obtenida con la curva de calibración para obtener los datos de concentración final de cada experimento.

Para las isotermas de adsorción, la curva de calibración se realizó con soluciones estándar de concentraciones de 1, 5, 10, 20, 40 y 60 mg L^{-1} para cubrir el rango de las concentraciones que se emplearon en los experimentos.

2.2.4 Caracterización de los materiales adsorbentes

Con el fin de conocer las características físicas y químicas de los materiales, estos se sometieron a diversas técnicas de caracterización.

Además, se realizaron pruebas de caracterización a algunos materiales saturados con fluoruro, producto de las pruebas de adsorción, con el objetivo de comparar las propiedades del material saturado y no saturado, y observar de manera general la interacción entre el adsorbato y el adsorbente.

2.2.4.1 Fisisorción con nitrógeno

La fisisorción de gases es la técnica utilizada para determinar las propiedades de textura de los materiales porosos: área específica, volumen de poro, tipo de poro y distribución de tamaño de poro.

En esta técnica el material se somete a un flujo de nitrógeno, el cual se adsorbe sobre su superficie, creando un equilibrio entre las moléculas adsorbidas y las moléculas en fase gaseosa. El equipo determina la cantidad de nitrógeno adsorbido bajo distintas presiones relativas, de la misma manera, cuando va disminuyendo el flujo de nitrógeno, y con él, la presión, comienza el proceso de desorción. Los resultados tanto de adsorción como de desorción se pueden graficar para generar una isoterma de adsorción.

La IUPAC clasificó los distintos isotermas de adsorción que se pueden generar y sus ciclos de histéresis en seis tipos:

I) La isoterma de tipo I nos indica una adsorción en monocapa en sólidos con áreas específicas relativamente pequeñas. El tipo I(a) lo encontramos en materiales con una distribución de tamaño de poro menos amplia, con microporos menores a 1 nm. El tipo I(b) corresponde a una distribución de tamaño de poro más amplia con microporos y mesoporos estrechos.

II) La isoterma tipo II corresponde a una adsorción en multicapa en materiales meso y macro porosos. El punto B en la gráfica nos indica la formación de una monocapa y con el aumento de la presión se van formando el resto de las capas.

III) La isoterma tipo III indica una adsorción en multicapa, además las interacciones adsorbente-adsorbato son débiles y las moléculas adsorbidas no se adhieren uniformemente. En este caso el material es de tipo mesoporoso o macroporoso.

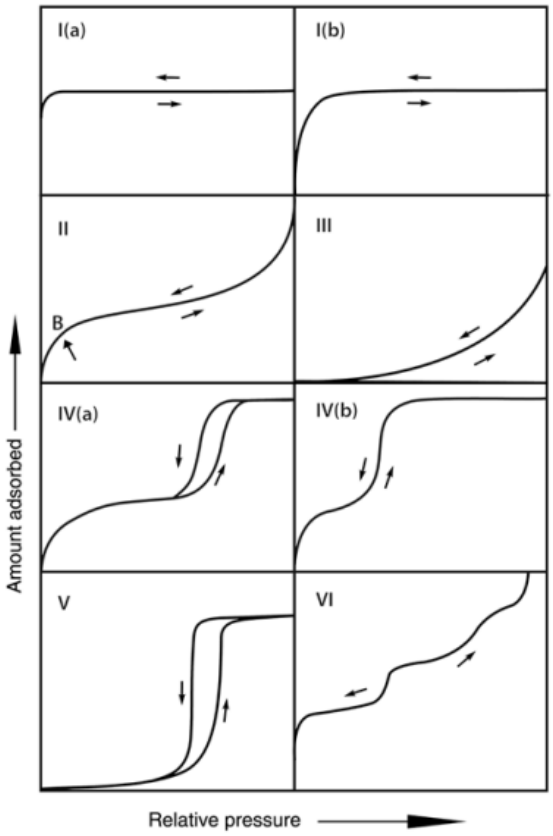


Figura 2.7 Clasificación de isotermas de fisisorción IUPAC

IV) Las isotermas tipo IV se adjudican a materiales mesoporosos con formación de multicapa seguida de una saturación que lleva a la condensación de poros. En la IV(a) la condensación está acompañada de histéresis. La isoterma IV(b) indica una forma cónica y cilíndrica de los mesoporos.

V) La isoterma V, al igual que la III, indica la presencia de interacciones débiles entre el adsorbente y el adsorbato, pero a presiones relativas altas, las moléculas de adsorbato se agrupan, llenando los poros.

VI) Finalmente, la isoterma de tipo VI muestra una adsorción capa a capa en un material no poroso de superficie uniforme.

Cuando la adsorción y desorción no ocurren bajo la misma cantidad de presión, se forma un ciclo de histéresis, esto puede deberse a la forma y el tamaño de los poros, por lo que también nos brinda información sobre las propiedades de textura.

Diferentes ciclos de histéresis reportados también fueron clasificados por la IUPAC de acuerdo con la siguiente imagen:

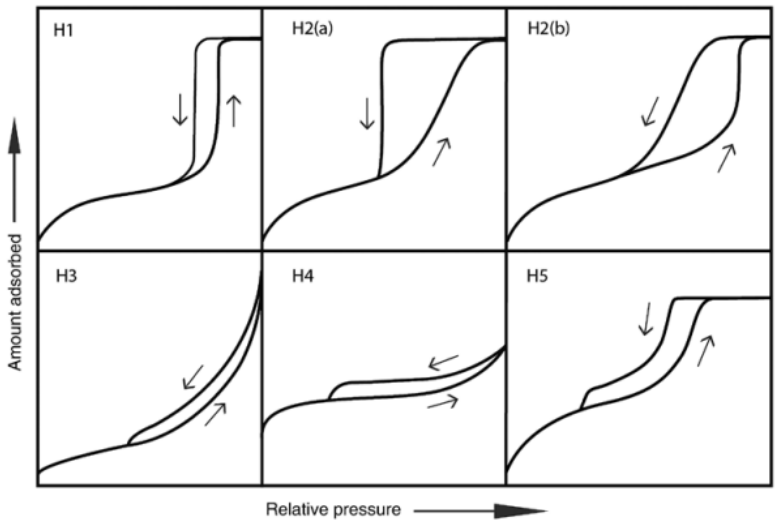


Figura 2.8 Clasificación de ciclos de histéresis IUPAC

En el tipo H1, se indica la presencia de materiales con mesoporos cilíndricos y uniformes, mientras que el tipo H2 se observa en estructuras complejas con en forma de cuello de botella. El tipo H3 suele darse en redes de macroporos que no cierran por completo, generalmente debido a una estructura laminar. El tipo H4 se encuentra en

materiales microporosos o meso-microporosos, especialmente en carbones activados. El tipo H5, se encuentra en estructuras con mesoporos abiertos y parcialmente bloqueados (Thommes et al., 2015).

La prueba de fisisorción se realizó con gas nitrógeno a 77 K utilizando el equipo *ASAP 2020* de la marca *Micrometrics* para los materiales precursores y para los modificados que presentaron mayor capacidad de adsorción. Los datos de presión y volumen se interpretaron utilizando el modelo Brunauer-Emmett-Teller (BET) (Lowell et al., 2004):

$$\frac{1}{V\left(\frac{P}{P_0}-1\right)} = \frac{1}{V_{mc}\,C} + \left[\left(\frac{C-1}{V_m\,C}\right)\left(\frac{P}{P_0}\right)\right]$$

Donde:

P = presión parcial del N_2 en equilibrio con el gas adsorbido sobre el adsorbente (atm).

P_0 = presión de saturación del N_2, (atm).

V = volumen del N_2 adsorbido a presión y temperatura estándar, ($cm^3\,g^{-1}$).

V_{mc} = volumen del N_2 adsorbido a presión y temperatura estándar requerido para formar una monocapa sobre la superficie del adsorbente, (m^3).

C= constante de la energía de adsorción, (atm).

Con el valor de V_{mc} y el área proyectada por una molécula de nitrógeno (S_{N2}) es posible obtener el área específica del material (S_{BET}) con la siguiente ecuación:

$$S_{BET} = \left(\frac{P\, V_{mc} N_A A_P}{RT}\right)$$

Donde:

S_{BET}: Área específica del adsorbente ($m^2\ g^{-1}$).

P: Presión estándar, (1 atm).

N_A: número de Avogadro, (6.023×10^{23} moléculas mol^{-1}).

A_p: área proyectada de una molécula de N_2, (16.2 nm^2 molécula $^{-1}$).

R: constante de los gases, (0.08206 atm mol^{-1} K^{-1}).

T: temperatura estándar, (273.15 K).

2.2.4.2 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) es una técnica de caracterización espectroscópica; es decir, estudia las interacciones entre la radiación electromagnética y la materia. En ésta, una haz de radiación infrarroja en un rango de frecuencias incide en la muestra y es absorbida por aquellos enlaces que vibran en la misma frecuencia que la incidente.

El equipo determina la cantidad de radiación absorbida en función del número de onda (cm^{-1}) dentro del espectro electromagnético. De esta manera se genera un espectro donde se muestran bandas de intensidad de absorción (o su inverso, transmitancia) que pueden ser asociadas a enlaces de grupos funcionales para conocer la composición química de la superficie del material (Rodríguez González, 2024)

Todos los materiales sintetizados se sometieron a esta prueba; así como los materiales saturados que mostraron mayor capacidad de adsorción. El espectro se obtuvo en la región 4000 a 600 cm^{-1} con 32 barridos y una resolución de 8 cm^{-1} utilizando

el espectrofotómetro infrarrojo *Thermo Scientific iS10* con reflectancia total atenuada ATR. Para preparar los materiales para la prueba, estos fueron pulverizados hasta un tamaño de partícula fina y se colocaron directamente bajo el haz infrarrojo.

2.2.4.3 Microscopía Electrónica de Barrido y de Energía Dispersiva (SEM-EDS)

El análisis por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM por sus siglas en inglés) acoplado con Espectroscopía de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS) es una técnica de caracterización que permite observar la morfología y textura de la superficie de un material y obtener un análisis semicuantitativo de su composición química elemental.

El principio de funcionamiento de esta técnica se basa en la incidencia de un haz de electrones sobre la superficie de la muestra, esta interacción produce diversas señales captadas por distintos detectores y traducidas en imágenes. Los detectores de electrones secundarios (SE) generan imágenes que permiten observar de forma detallada la topografía de la muestra, es decir, sus texturas y relieves, mientras que los detectores de electrones retrodispersados (BSE) crean imágenes de alto contraste de acuerdo con la composición química de la muestra. Por otro lado, el EDS detecta los rayos X característicos de cada elemento presente en la superficie de la muestra. Esta técnica de caracterización cuenta con un límite de detección en un rango cercano a 1.5 en porcentaje en peso para la mayoría de los elementos, por lo que elementos presentes en condiciones inferiores pueden presentar señales de baja intensidad o no ser detectados.

Se utilizó el equipo ESEM FEI QUANTA FEG 250 en condiciones de bajo vacío. Se analizaron los materiales precursores y aquellos que demostraron mejores capacidades de adsorción, así como muestras saturadas con fluoruro para observar su presencia sobre la superficie de los materiales. Las muestras se montaron en un porta

muestras de aluminio cubierto con cinta de carbono doble cara y se obtuvieron imágenes de electrones secundarios y retrodispersados a distintas magnificaciones, además del análisis EDS para obtener su composición química elemental.

2.2.4.4 TGA

Un análisis termogravimétrico (TGA por sus siglas en inglés) es una técnica de caracterización que evalúa la variación de la masa de una muestra sometida a una variación de temperatura en condiciones controladas, es decir, el peso en función de la temperatura. Este análisis otorga información sobre la estabilidad térmica del material, procesos de descomposición, pérdida de componentes y composición de la muestra.

El análisis termogravimétrico de las muestras se llevó a cabo utilizando el equipo TGA Q500 de la marca TA Instruments bajo una atmósfera de nitrógeno con un flujo de 100 mL min^{-1}. Las muestras se colocaron en una canastilla de cerámica previamente tarada por el equipo. Se recolectaron datos desde los 30 a los 900 °C con una rampa de calentamiento de 10 °C min^{-1}.

Los datos obtenidos se analizaron con el software Advantage V5.5.22 para obtener las gráficas de pérdida de peso. Se obtuvo la curva termogravimétrica (TG), que representa el porcentaje de masa en función de la temperatura, y la curva derivada termogravimétrica (DTG), correspondiente a la velocidad de pérdida de masa respecto a la temperatura, presentada en picos asociados a los eventos térmicos del material.

Bajo esta técnica se analizaron los materiales precursores, así como los materiales impregnados con cerio y melamina antes y después del tratamiento térmico para observar los efectos de este sobre cada muestra. También se analizaron las muestras saturadas con mayor capacidad de adsorción de fluoruro para observar el cambio de composición tras la adsorción.

2.3 Resultados y Discusión

2.3.1 Equilibrio de adsorción de fluoruro sobre materiales adsorbentes

En la Tabla 2.5 se presentan los resultados de las pruebas de equilibrio de adsorción de fluoruro sobre todos los materiales sintetizados con una sola concentración inicial de 10 mg L^{-1} y valores de pH de 5, 7 y 9.

La mayor capacidad de adsorción se obtuvo con el pirolizado de lirio modificado con melamina en proporción 1.5:1 a una temperatura de 800 °C (material 15), con una capacidad de remoción de 2.78 mg g^{-1} a un pH de 5. Seguido del pirolizado de lirio modificado con cerio en una concentración de 0.025 M y una temperatura de 600 °C (material 9), presentando una q de 2.34 mg g^{-1} a un pH de 5.

Tabla 2.5 Resultados de equilibrio de adsorción de materiales adsorbentes

				Capacidad de adsorción (mg/g)		
#	Material	Agente modificante	T (°C)	pH 5	pH 7	pH 9
1	Lirio			0.44	0.16	0.23
2	Pirolizado Lirio			0.88	0.28	0.10
3	L + Ce 0.05 M			1.26	0.32	0.07
4	PL + Ce 0.05 M			1.57	0.25	0.15
5	PL + Ce 0.05 M 400		400	1.40	0.51	0.50
6	PL + Ce 0.05 M 600	Cerio	600	1.77	1.14	0.44
7	PL + Ce 0.05 M 800		800	1.34	0.81	0.14
8	PL + Ce 0.1 M 600		600	1.06	0.56	0.63
9	PL + Ce 0.025 M 600		600	**2.34**	0.96	0.32
10	L + M 1:1			0.82	0.20	0.17
11	PL + M 1:1			0.77	0.56	0.37
12	PL + M 1:1 400		400	0.79	0.37	0.34
13	PL + M 1:1 600	Melamina	600	1.50	0.69	0.47
14	PL + M 1:1 800		800	1.88	1.02	0.50
15	PL+ M 1.5:1 800		800	**2.78**	1.08	0.69
16	PL+ M 2:1 800		800	2.32	0.73	0.50

2.3.1.1 Efecto del pH y concentración y temperatura de síntesis.

El efecto del pH sobre la capacidad de adsorción de los materiales se muestra en la Figura 2.10, donde se observa que, en todos los materiales, la adsorción se favorece a un pH ácido de 5. Este valor de pH es el límite en el que el flúor se encuentra en su forma aniónica antes de formar ácido fluorhídrico. Por otro lado, a un pH alcalino de 9, la adsorción se ve desfavorecida para prácticamente todos los materiales a excepción del lirio acuático sin ninguna modificación, donde la capacidad de adsorción a un pH básico es ligeramente mayor que a un pH neutro.

Durante las pruebas de adsorción, el pH fue monitoreado y ajustado periódicamente durante los 7 días de duración del experimento. En este tiempo, se observó que los materiales tendían a aumentar el pH entre cada ajuste. Estas fluctuaciones pueden estar relacionadas con interacciones entre los grupos funcionales de la superficie de los materiales, indicando un posible intercambio iónico entre grupos hidroxilo y el anión fluoruro (F^-), resultando en una liberación de OH^- al medio acuoso. Este comportamiento ha sido reportado para materiales basados en cerio utilizados para la remoción de fluoruro (Sadeghi et al., 2021).

Además del efecto del pH, la Figura 2.9 muestra el efecto de la concentración del agente activante y la temperatura de modificación; en el caso del cerio, a mayor concentración de este metal en la solución de impregnación, menor es la capacidad de adsorción. Este comportamiento se ha asociado en la literatura a una sobresaturación de especies de cerio en la superficie del metal, lo que favorece la formación de aglomerados que pueden obstruir parcial o totalmente los poros del material, disminuyendo su accesibilidad y limitando la difusión del adsorbato a los sitios.

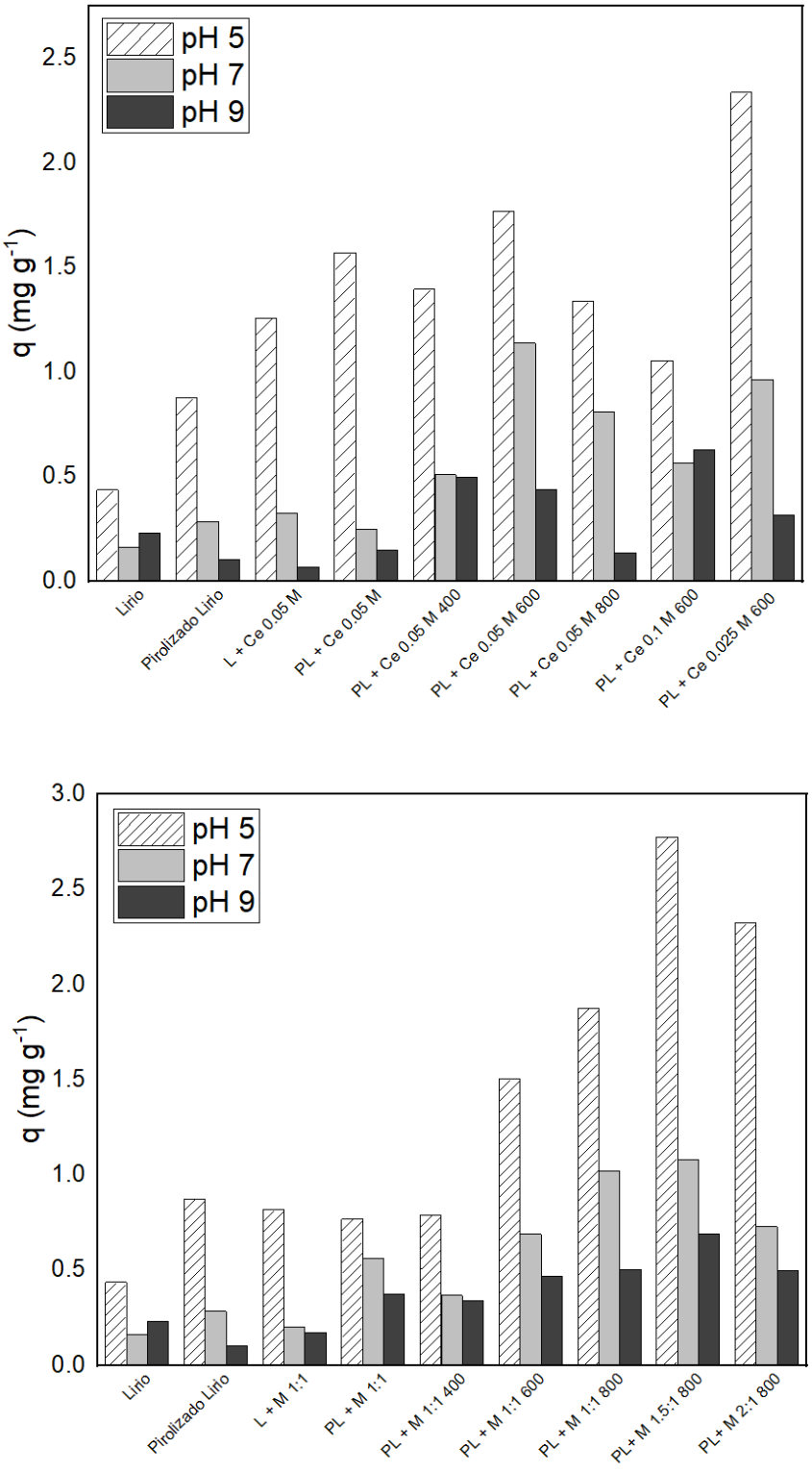


Figura 2.9 Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción de fluoruro de los materiales sintetizados.

Por otro lado, a una concentración más baja, las especies de cerio formadas durante la pirólisis se distribuyen de manera más homogénea, favoreciendo la formación de sitios funcionales en la superficie sin modificar significativamente la estructura porosa del material (Idrissov et al., 2025; Petrovic et al., 2021) este efecto ya ha sido observado en la impregnación de metales sobre la superficie de materiales porosos (Wang et al., 2025).

Un comportamiento similar se observó en el caso de la melamina, donde para una proporción 1:1 se evidenció desde el proceso de síntesis que el material alcanzó un punto de saturación, ya que se encontraron residuos de melamina en las paredes del tubo del horno posterior al tratamiento térmico como se observa en la figura 2.10



Figura 2.10 Residuos de melamina en el horno posterior al tratamiento térmico

La melamina tiene una temperatura de descomposición alrededor de los 300 °C, a esta temperatura el precursor se sublima y se condensa en su totalidad. Por lo que se presume que aquella melamina que no se fijó a la superficie del carbón para doparlo de

nitrógeno, pasó por este proceso resultando en melamina condensada en las paredes del horno tubular al momento del enfriamiento de este.(Baghdadi et al., 2021).

Por el contrario, al emplear proporciones menores de melamina, este efecto se vio reducido, al observar el tubo del horno sin residuos de melamina posteriores al tratamiento térmico, lo que permite inferir una mejor dispersión del modificante en la superficie, reflejándose en los resultados, donde el material con la proporción 1.5:1 presentó los resultados más favorables en cuanto a las pruebas de remoción de fluoruro.

La temperatura a la que se realizó el tratamiento térmico de síntesis también influyó sobre los resultados de adsorción, ya que puede favorecer o desfavorecer la transformación de los modificantes. Un análisis más detallado de los procesos térmicos involucrados será abordado más adelante mediante el análisis termogravimétrico.

2.3.1.2 Isotermas de Adsorción

Los modelos de isotermas de Freundlich, Langmuir y Prausnitz-Radke fueron empleados para interpretar datos experimentales de adsorción de fluoruro sobre los materiales PL, PL + Ce 0.025 M 600 y PL + M 1.5:1 800. Las pruebas de equilibrio de adsorción se realizaron a un pH de 7 y 25 °C.

Los parámetros de cada modelo se obtuvieron mediante un proceso de minimización del porcentaje de error con la herramienta *Solver* de Microsoft Excel. Estos resultados, así como sus porcentajes de desviación, se reportan en la Tabla 2.6.

Tabla 2.6 Parámetros de los modelos de las isotermas de Freundlich, Langmuir y Prausnitz-Radke para la adsorción de fluoruro sobre materiales sintetizados a pH 7 y T = 25 °C.

Material	Freundlich			Langmuir			Prausnitz-Radke			
	K ($L^{1/n}$ $mg^{1/n-1}$ g^{-1})	n	%D	q_m (L g^{-1})	K (L mg^{-1})	%D	a (L g^{-1})	b (L mg^{-1})	β	%D
PL	0.02	0.81	**16.24**	7.60	0.01	29.53	0.03	0.09	0	27.88
PL + Ce 0.025 M 600	0.55	4.54	25.26	7.66	0.02	4.10	0.17	0.09	0.61	**2.76**
PL + M 1.5:1 800	0.32	1.52	10.03	14.05	0.90	32.21	0.20	0.09	0.70	**1.18**

Los porcentajes de desviación de los distintos modelos variaron desde un 10.03 hasta 25.26 % para Freundlich, 4.10 a 32.21 % para Langmuir y 1.18 a 27.88 % para Prausnitz-Radke. Para cada material, se consideró el modelo que presentara menor porcentaje de desviación, esto es, Freundlich para PL y Prausnitz-Radke para PL + Ce 0.025 M 600 y PL + M 1.5:1 800.

En la Figura 2.11 se muestran las isotermas de adsorción de fluoruro sobre los tres materiales bajo los ajustes seleccionados. Los símbolos representan los datos experimentales obtenidos, mientras que las líneas representan el modelo de isoterma que mejor ajuste demostró.

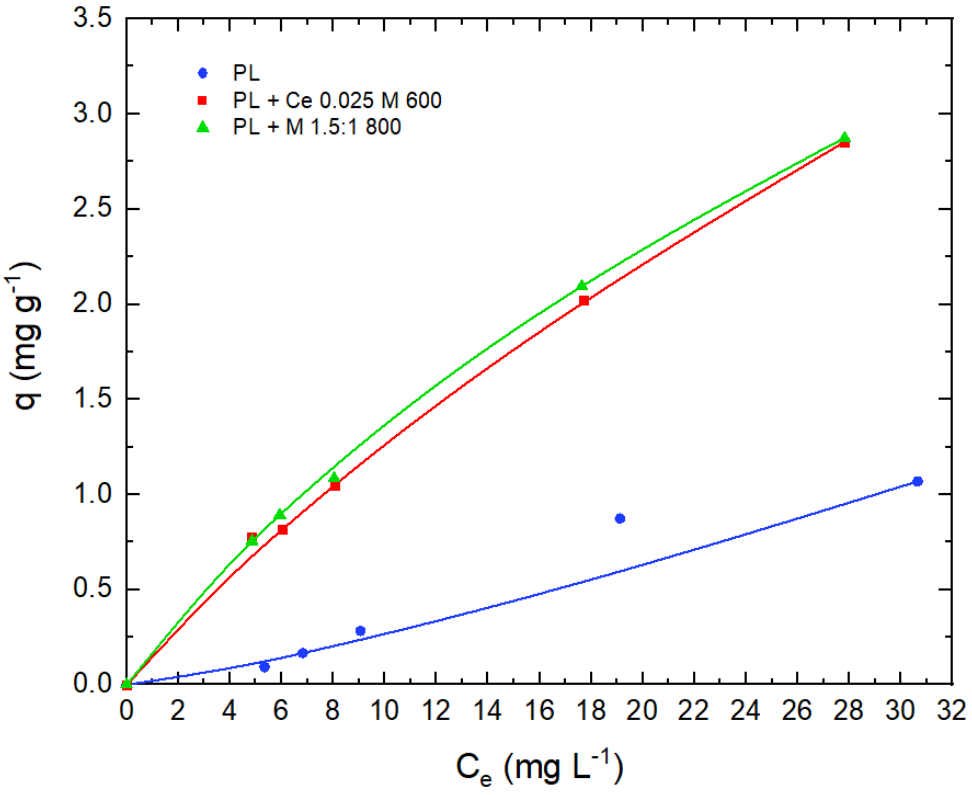


Figura 2.11 Isotermas de adsorción de fluoruro sobre los materiales modificados y su precursor a pH 7 y T = 25 °C.

A una concentración inicial de 30 mg L^{-1}, la mayor capacidad de adsorción para PL fue de 1.07 mg g^{-1}, 2.86 mg g^{-1} para PL + Ce 0.025 M 600 y 2.87 mg g^{-1} para PL + M 1.5:1 800. Los valores máximos de la capacidad de adsorción son similares a los máximos obtenidos en las pruebas de adsorción con la concentración inicial de 10 mg L^{-1}, sin embargo, esos resultados fueron favorecidos por un pH ácido de 5, mientras que, para las isotermas, las pruebas se realizaron a un pH neutro.

2.3.2 Caracterización de los materiales

2.3.2.1 Fisisorción con nitrógeno

Los materiales precursores Lirio (L) y Lirio Pirolizado (PL), así como los adsorbentes modificados óptimos (PL + Ce 0.025 600 y PL + M 1.5:1 800) se sometieron

a una prueba de fisisorción de nitrógeno para evaluar sus propiedades de textura. Los resultados se presentan en la Tabla 2.7.

Tabla 2.7 Propiedades de textura de los materiales sintetizados.

Material	Área específica (m^2 g^{-1})	Diámetro promedio de los poros (nm)	Volumen de los poros (cm^3 g^{-1})	Distribución de tamaño de poro (%)		
				Micro	Meso	Macro
L	3.4	28.66	0.025	1.35	43.77	54.88
PL	1.5	18.46	0.007	1.79	60.89	37.31
PL + Ce 0.025 M 600	39	5.77	0.056	2.08	73.63	24.29
PL + M 1.5:1 800	135	3.07	0.104	5.19	60.99	33.82

Debido a su estructura orgánica y composición, los materiales lignocelulósicos suelen tener áreas específicas relativamente bajas y una baja cantidad de microporos, predominando los meso y macroporos, de los cuales, estos últimos no contribuyen de manera significativa a aumentar el área específica.(Kaur et al., 2024). Esto se puede observar en los resultados de los dos primeros materiales (L y PL) que presentan áreas de 1.5 a 3.4 m^2 g^{-1}, valores similares a reportados en la literatura para el lirio acuático (Flores-Rojas et al., 2023; Guna et al., 2017)

Tras la pirólisis sin modificación, el lirio pirolizado (PL) presentó una disminución en el área específica. La literatura atribuye este fenómeno a una pirólisis realizada de manera muy rápida o a temperaturas muy altas o muy bajas; cuando la pirólisis se lleva a cabo a una rampa de calentamiento mayor a 10 °C/min, o a temperaturas bajas, los compuestos volátiles no se difunden, permaneciendo dentro de la estructura y bloqueando las entradas a los canales de los poros(Kaur et al., 2024), mientras que, a temperaturas muy altas, las reacciones de gasificación de carbono debilitan las paredes, provocando una reestructuración y/o colapso de las paredes y bloqueando los

poros(Morgan et al., 2026). En el caso del PL, aunque el área específica disminuye, el diámetro de poro también lo hace, demostrando que, si hay formación de mesoporos, sin embargo, estos son bloqueados, probablemente debido a una baja temperatura de pirólisis. Esto se puede demostrar con la formación de alquitrán en el tubo de calentamiento del horno en el que el proceso fue realizado.

El tercer material analizado (PL + Ce 0.025 600) con un área de 39 m^2 g^{-1} muestra un incremento en comparación con su material precursor; además, el diámetro promedio de los poros disminuye considerablemente. Este es el material más mesoporoso de los cuatro analizados. Por último, el cuarto material (PL + M 1.5:1 800) fue el que mayor área específica presentó, con 135 m^2 g^{-1}, además de un diámetro de poro menor y un porcentaje de microporos de 5.19 %, mayor al resto de los materiales, aunque aun predominantemente mesoporoso; la introducción de nitrógeno a la estructura del material no solo introduce grupos funcionales a la superficie si no que favorece la formación de poros, llevando el material cerca de la activación (Albeladi & Mokaya, 2024).

El aumento en el área específica de los dos materiales modificados en relación con los precursores se puede atribuir, además, a las temperaturas de síntesis más elevadas, lo que ayuda a que los compuestos orgánicos se volatilicen completamente y eviten la obstrucción de los canales de poro.

La literatura ha reportado valores de área específica similares o mayores para materiales sintetizados a partir de biomasa modificados con cerio y melamina (Chen et al., 2020; Liang et al., 2020; Liu et al., 2019).

La distribución del tamaño de poro (DTP) de los materiales se presenta en la Figura 2.12. por medio del porcentaje de volumen acumulado.

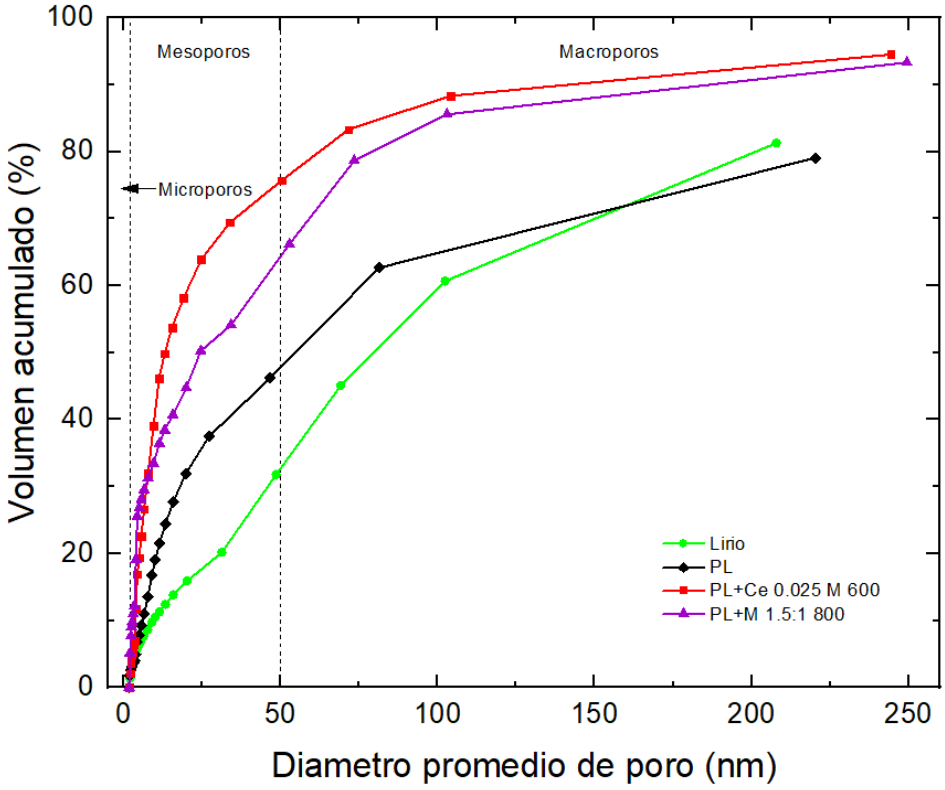


Figura 2.12 Distribución del volumen total acumulado de poros.

Se observa que, para el lirio, el mayor porcentaje de volumen pertenece al rango de los macroporos (mayor a 50 nm), mientras que en el resto de los materiales predominan los poros del tipo mesoporo (mayor a 2 y menor a 50 nm). Al igual que se observa en la Tabla 2.7, PL + Ce 0.025 M 600, es el material con mayor porcentaje de volumen de mesoporos acumulados, mientras que el material de melamina tiene el mayor porcentaje de microporos.

La Figura 2.13. muestra las isotermas de adsorción y desorción de N_2 sobre los materiales a una temperatura de 77 K. Las isotermas de adsorción de los materiales L y PL corresponden a una isoterma de tipo III de acuerdo con la clasificación de la IUPAC (sección 2.2.4.1), esto se asocia a una adsorción desordenada de N_2 sobre la superficie

del material en multicapa, sin una formación de monocapa, común en materiales meso y macroporosos. Los materiales modificados asimilan una isoterma de tipo II, donde sí hay formación de monocapa sobre la superficie del material.

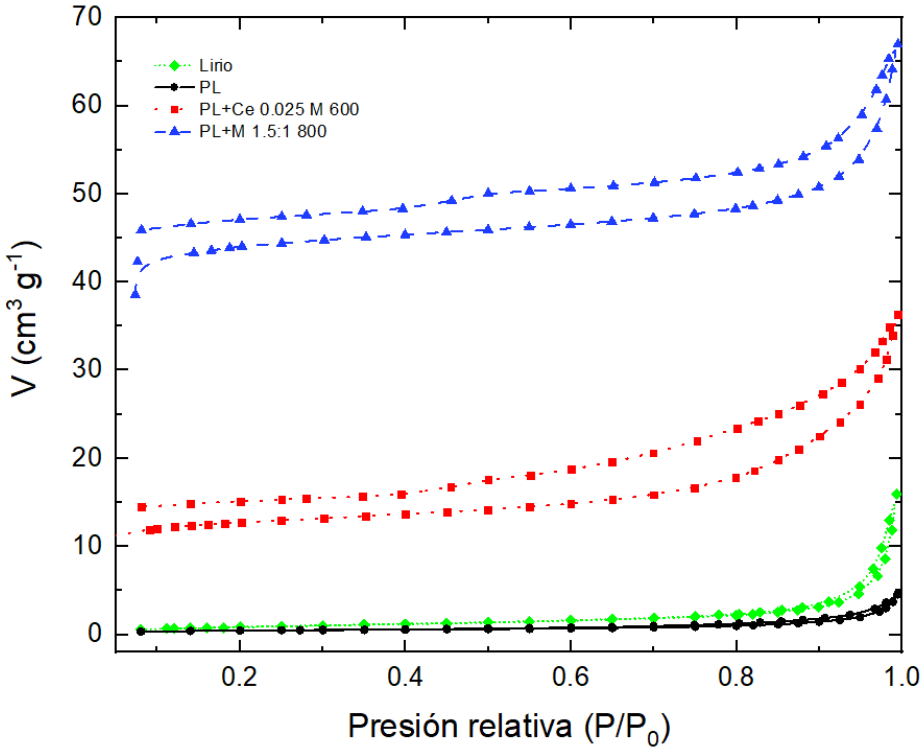


Figura 2.13 Isotermas de adsorción-desorción sobre materiales sintetizados.

Los materiales L y PL presentan ciclos de histéresis muy poco definidos debido a la baja porosidad del material, mientras que PL + Ce 0.025 M 600 y PL + M 1.5:1 800, presentan ciclos de histéresis muy similares al tipo H5, presente en materiales mesoporosos con poros abiertos y parcialmente bloqueados.

2.3.2.2 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

El espectro infrarrojo de los materiales precursores L y PL, así como el del PL + Ce, PL + Ce 0.025 M 600 y éste último saturado con fluoruro, se muestran en la Figura 2.14.

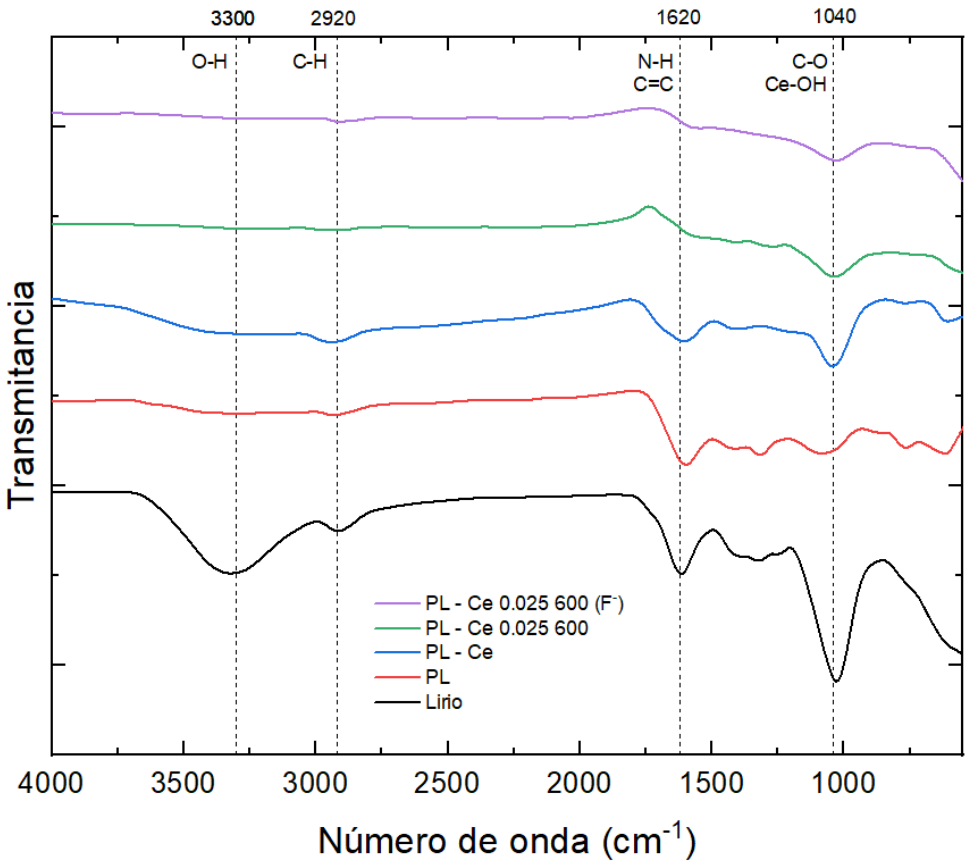


Figura 2.14 Comparación de los espectros infrarrojos de los materiales modificados con cerio.

En la Tabla 2.8 se muestran las bandas de vibración encontradas en los espectros, así como los grupos funcionales asociados a cada una de acuerdo con lo reportado en la bibliografía. El espectro del lirio acuático presenta una banda alrededor de los 3300 cm^{-1}, atribuida a una vibración de estiramiento de grupos hidroxilo (O-H) presentes en los materiales lignocelulósicos y los enlaces de hidrógeno en la estructura del material. A los 2920 cm^{-1} se observa una banda correspondiente a una vibración de estiramiento de grupos C-H, los cuales también están asociados a la estructura de la pared celular de la biomasa. Después de la pirólisis del lirio, estas dos bandas disminuyen casi

completamente, indicando pérdida de agua y compuestos volátiles por efecto de la temperatura.

Tabla 2.8 Frecuencias características de longitud de onda de los espectros infrarrojos de los materiales modificados con cerio.

Grupo funcional	Banda de vibración (cm^{-1})	Referencia
O-H	3300	(Merodio-Morales et al., 2020; Miller & Coates, 2025; Sawana et al., 2017)
C-H	2920	(Merodio-Morales et al., 2020)
C=C	1620	(Pei et al., 2024; Socrates, 2002)
N-H	1610	(Sarkar et al., 2017; Stuart, 2004)
C-O	1040	(Merodio-Morales et al., 2020)
Ce-OH	1033	(Filippova et al., 2023; Merodio-Morales et al., 2020; Sawana et al., 2017)

La banda cercana a los 1620 cm^{-1} se puede asociar principalmente con vibraciones C=C de estructuras aromáticas derivadas de la lignina. Esta banda se atenúa tras el tratamiento térmico, lo que podría estar relacionado con cambios estructurales del material por efecto de la temperatura. En el material modificado con cerio, esta banda muestra un ligero ensanchamiento, ya que cerca de este rango, también se podría asociar la contribución de vibraciones de grupos amino (N-H) provenientes de la solución de cerio que contiene amonio; tras el tratamiento térmico, la intensidad de esta banda disminuye, posiblemente debido a la descomposición térmica de los grupos nitrogenados.

La última banda de vibración prominente se localiza alrededor de los 1040 cm^{-1}; esta banda comúnmente representa la vibración de estiramiento de grupos C-O, presentes en alcoholes, ésteres y éteres de los polisacáridos que componen la estructura del material. Esta banda es intensa para el lirio, pero se atenúa para PL, sugiriendo la

degradación de estas estructuras polisacáridas. En los materiales modificados con cerio, reaparece esta banda, lo cual podría asociarse a la presencia de enlaces metálicos relacionados con la presencia de especies de cerio en la superficie del material. Filippova et al. (2023) sintetizaron partículas de CeO_2 a partir de $(NH_4)_2[Ce(NO_3)_6]$, y mediante FTIR atribuyeron una banda de vibración a los 1033 cm^{-1} a grupos de Ce-OH y de Ce-O a los 450 cm^{-1}, sin embargo, esta última no se puede evaluar en el presente espectro debido al intervalo del espectro utilizado.

Para el espectro de la muestra saturada con fluoruro, se observan variaciones en la intensidad, forma y posición con un ligero desplazamiento de las bandas asociadas a O-H, N-H y Ce-OH, estos cambios podrían ser atribuidos a la participación de dichos grupos funcionales en el proceso de adsorción.

Por otro lado, los espectros de los materiales modificados con melamina se muestran en la Figura 2.15. Las bandas de vibración encontradas en el espectro y los grupos funcionales asociados a ellas (que no se describieron previamente en la Tabla 2.8), se muestran en la Tabla 2.9.

Tabla 2.9 Frecuencias características de longitud de onda de los espectros infrarrojos de los materiales modificados con melamina.

Grupo funcional	Banda de vibración (cm^{-1})	Referencia
C=O	1730	(El-Wakil et al., 2022; Socrates, 2002)
C-N	1250	(El-Wakil et al., 2022; Pei et al., 2024; Socrates, 2002; Stuart, 2004)

En este espectro, el material PL + M 1.5:1 800 antes y después de la adsorción de fluoruro, muestran una banda de vibración a los 1730 cm^{-1}, asociada a vibraciones de grupos carbonilo (C=O), lo que podría relacionarse con cambios y reorganización de las

especies presentes en la superficie del material durante la transformación térmica de la melamina.

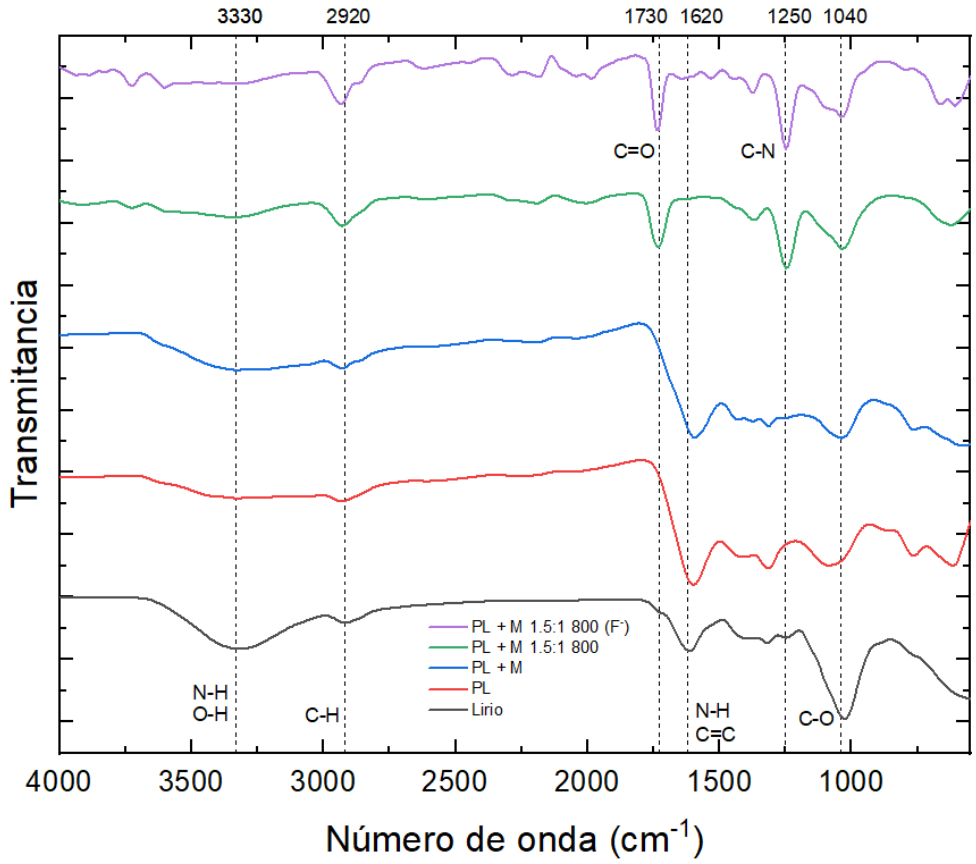


Figura 2.15 Comparación de los espectros infrarrojos de los materiales modificados con melamina.

Alrededor de los 1610 a 1620 cm^{-1} se localiza una banda de vibración para L, PL y PL + M, como se mencionó para el espectro mostrado anteriormente, en L y PL esta banda podría relacionarse con grupos funcionales C=C derivados de la lignina, mientras que para PL + M, podría representar una contribución de vibraciones asociadas con los grupos N-H de la melamina. La presencia de bandas de N–H de la melamina en esta región se ha reportado previamente, particularmente alrededor de 1625–1650 cm^{-1} (Grabska et al., 2019).

En el material PL + M sin tratamiento térmico también se observa una banda alrededor de 3330 cm^{-1}, la cual puede asociarse con el estiramiento de los grupos NH_2 presentes en la melamina. Esta asignación es consistente con estudios de FTIR de melamina, donde se ha reportado una banda alrededor de 3330–3331 cm^{-1} correspondiente a la vibración de estiramiento asimétrico de NH_2 (Pradeep et al., 2021).

Posterior al tratamiento térmico, esta banda disminuye significativamente y se observa la aparición de otra banda cercana a los 1250 cm^{-1}, la cual se asocia a vibraciones de estiramiento C-N formadas tras la transformación térmica de las especies nitrogenadas derivadas de la melamina (Yuan et al., 2018).

En la región de 1040 cm^{-1}, se observa una banda asociada principalmente a vibraciones de estiramiento C-O derivadas del lirio.

En el espectro correspondiente a la muestra tras la adsorción de fluoruro se observan cambios en la intensidad de las bandas asociadas a C=O, C-N y C-O, lo que podría sugerir la participación de estos grupos funcionales en el proceso de adsorción. En este sentido, la literatura ha reportado la posible participación de grupos C-N en la adsorción de fluoruro mediante procesos de complejación (Pei et al., 2024).

2.3.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopía de Energía Dispersiva (SEM - EDS)

El análisis por microscopía electrónica de barrido (SEM) permite conocer la morfología de las muestras, esto incluye, observar su porosidad y relieve, así como identificar la deposición de los agentes modificantes sobre la superficie del material; además, mediante el análisis de espectroscopía de energía dispersiva (EDS) se realiza un análisis semicuantitativo de los elementos químicos presentes en la superficie, lo cual

permite corroborar la presencia de los agentes modificantes, y en el caso de los materiales saturados, identificar la presencia de fluoruro en los poros de los materiales.

Las Figuras 2.16 y 2.17 muestran las micrografías y el espectrograma del análisis EDS del material precursor, el lirio acuático (L).

En las imágenes se aprecia una superficie rugosa con bordes irregulares en las uniones de las fibras, generando una morfología de tipo tabular con porosidad limitada.

En las micrografías de electrones retrodispersados (Figuras 2.16a y 2.16b) se distinguen de manera dispersa finos puntos brillantes asociados a elementos de mayor número atómico que el carbono y el oxígeno, propios de la estructura orgánica del lirio. Esto se confirma en el EDS, donde se detecta la presencia de silicio (Si), aluminio (Al), azufre (S), calcio (Ca), potasio (K), entre otros elementos inorgánicos. Estos pueden atribuirse a la naturaleza bioacumuladora del lirio acuático y a su desarrollo en cuerpos de agua con alto contenido de sólidos disueltos, como se describió en la sección 2.2.1.

Las micrografías SEM del pirolizado de lirio acuático (PL) se muestran en la Figura 2.18. El material presenta una estructura fibrosa, rugosa e irregular, con presencia de cavidades sin una morfología definida, las cuales se originan como resultado de la degradación térmica de la celulosa y hemicelulosa de las paredes celulares del material.

La morfología sugiere que el material aún conserva parte de su estructura original, pero con una superficie más degradada y accesible para la incorporación de agentes modificantes.

El análisis EDS (Figura 2.19) evidencia la persistencia de los elementos inorgánicos en la superficie del material que ya habían sido detectados en el material precursor y permanecen como residuos minerales tras la pirólisis.

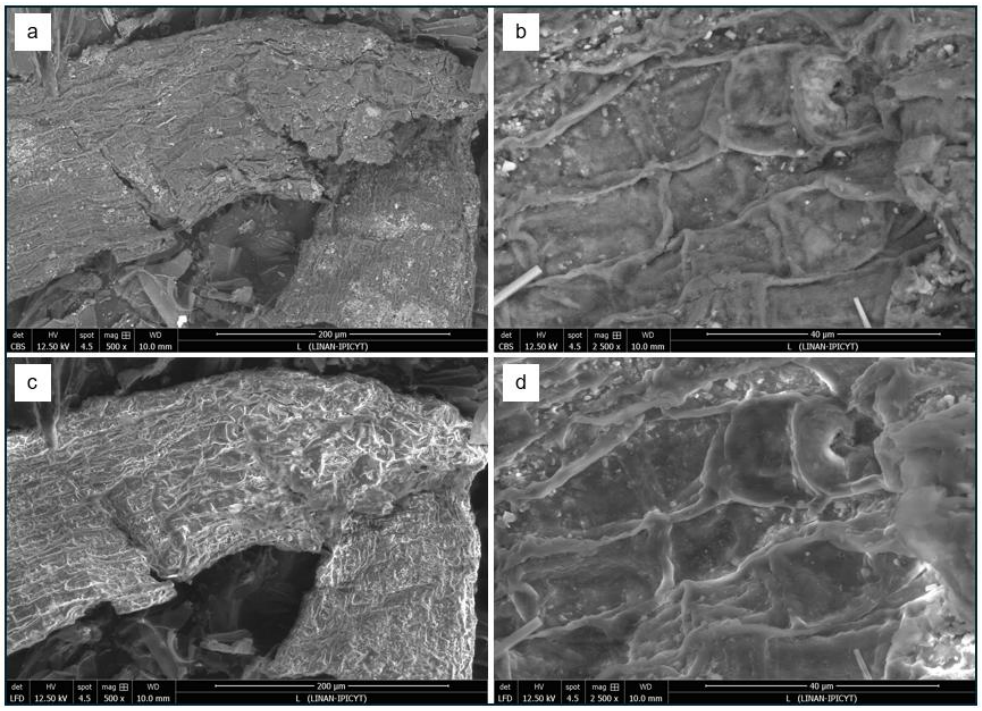
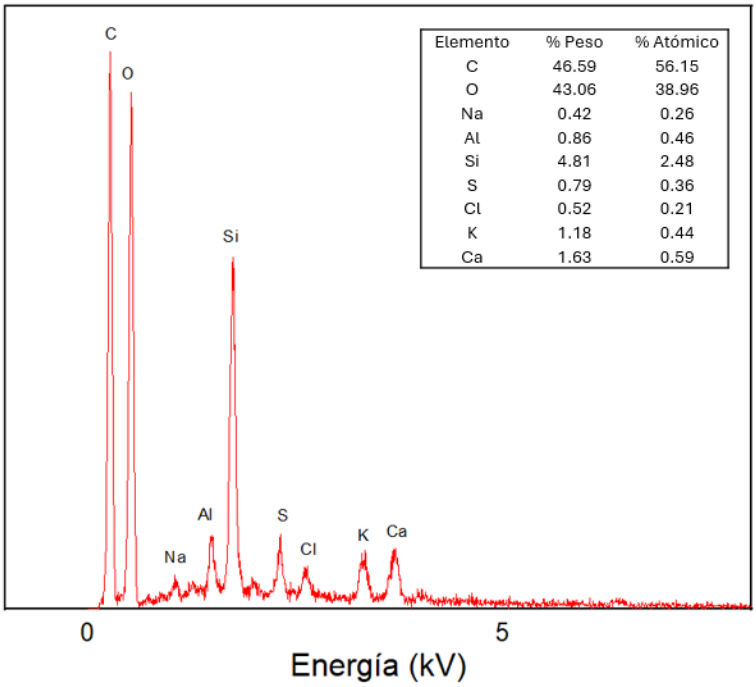


Figura 2.16 Micrografías del lirio acuático (L) con detector de electrones retrodispersados a 500x (a) y 2500x (b) y electrones secundarios a 500x (c) y 2500x (d).



Elemento	% Peso	% Atómico
C	46.59	56.15
O	43.06	38.96
Na	0.42	0.26
Al	0.86	0.46
Si	4.81	2.48
S	0.79	0.36
Cl	0.52	0.21
K	1.18	0.44
Ca	1.63	0.59

Figura 2.17 Espectro EDS de la superficie del lirio acuático (L).

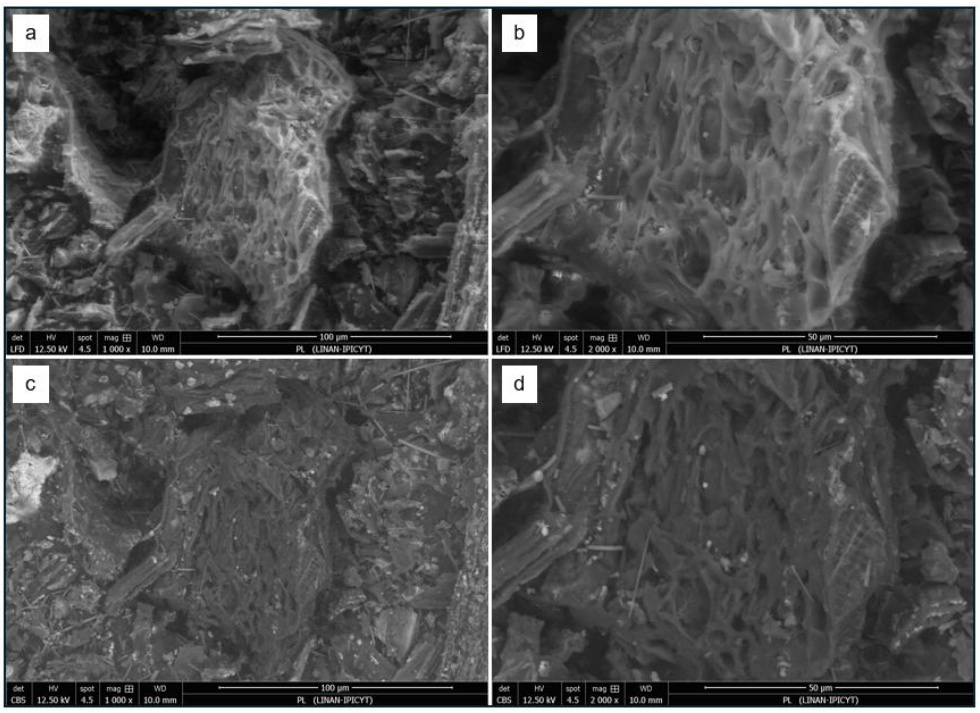
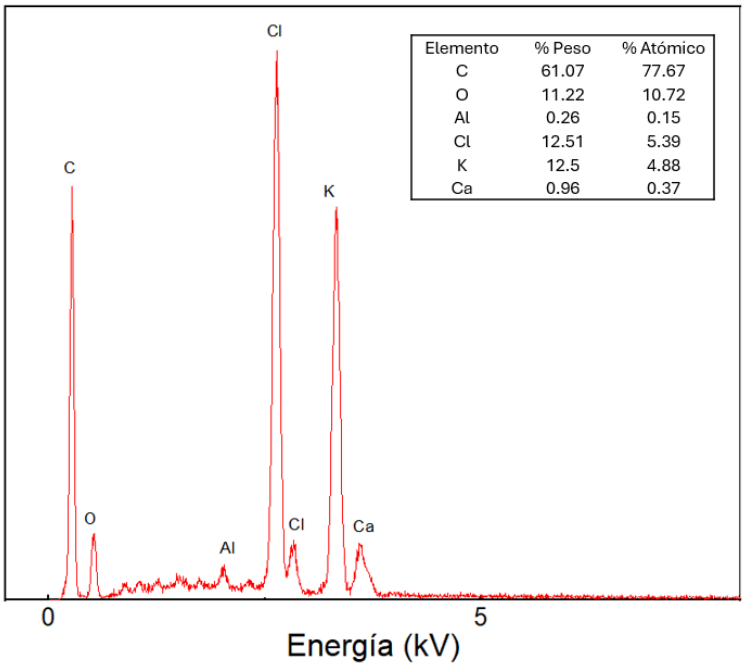


Figura 2.18 Micrografías del lirio pirolizado (PL) con detector de electrones secundarios a 1000x (a) y 2000x (b) y electrones retrodispersados a 1000x (c) y 2000x (d).



Elemento	% Peso	% Atómico
C	61.07	77.67
O	11.22	10.72
Al	0.26	0.15
Cl	12.51	5.39
K	12.5	4.88
Ca	0.96	0.37

Figura 2.19 Espectro EDS de la superficie del lirio pirolizado (PL)

En las Figuras 2.20 y 2.22 se presentan la micrografías SEM del lirio pirolizado modificado con cerio antes (PL + Ce) y después del tratamiento térmico (PL + Ce 0.025 600), respectivamente.

En las imágenes obtenidas mediante electrones retrodispersados **(a y b)** se observan zonas brillantes distribuidas sobre la superficie del material asociadas a regiones impregnadas con cerio, este notorio contraste se debe al número atómico del cerio (Z = 58) que es considerablemente mayor al del carbono (Z = 6) y oxígeno (Z = 8) de la estructura del material carbonoso.

Previo al tratamiento térmico, las partículas de cerio se encuentran de forma más fina y dispersa, y en su respectivo EDS (Figura 2.21) los picos asociados al cerio se observan con una intensidad baja. Posterior al tratamiento térmico, las imágenes muestran la presencia de aglomerados de cerio más definidos y de mayor tamaño, y en el EDS (Figura 2.23) los picos correspondientes al cerio aumentan su intensidad relativa. El incremento de Ce observado después del tratamiento térmico puede atribuirse a la eliminación de especies volátiles y a la descomposición del precursor de cerio, favoreciendo la concentración y permanencia de las especies de Ce sobre la superficie del material.(Guo et al., 2025).

Las micrografías SEM del material PL + Ce 0.025 600 saturado con fluoruro se observan en la Figura 2.24. En estas no se observan cambios morfológicos significativos; además, el análisis EDS (Figura 2.25) se observa una señal de flúor de baja intensidad, correspondiente a 0.58 % en peso, lo que confirma la presencia del anión sobre la superficie del material después del proceso de adsorción.

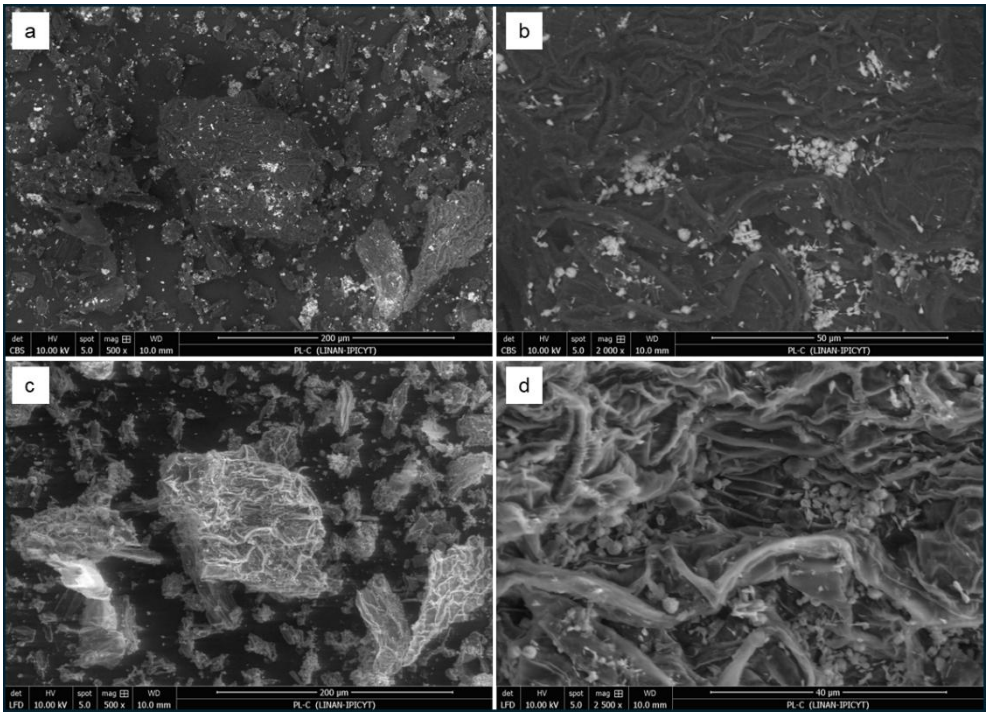


Figura 2.20 Micrografías PL + Ce con detector de electrones retrodispersados a 500x (a) y 2000x (b) y electrones secundarios a 500x (c) y 2500x (d).

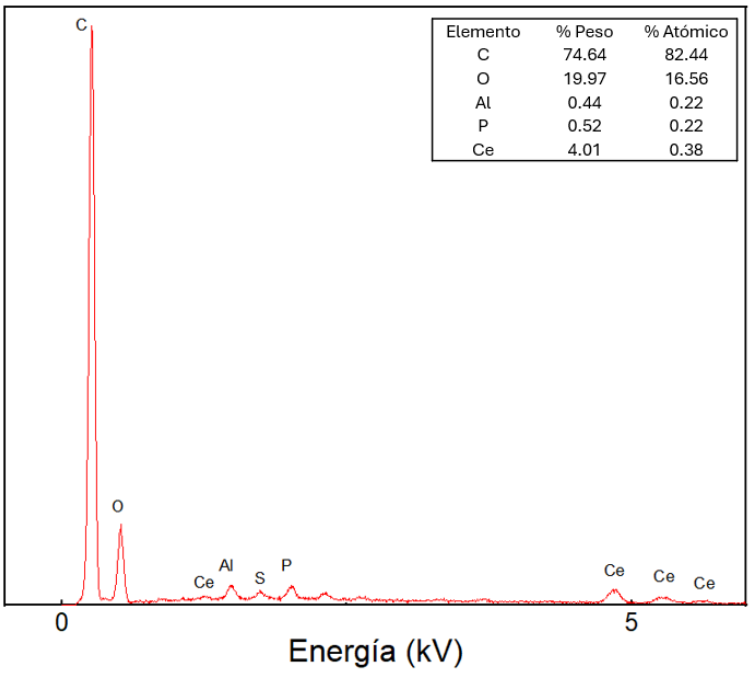


Figura 2.21 Espectro EDS de la superficie de PL + Ce

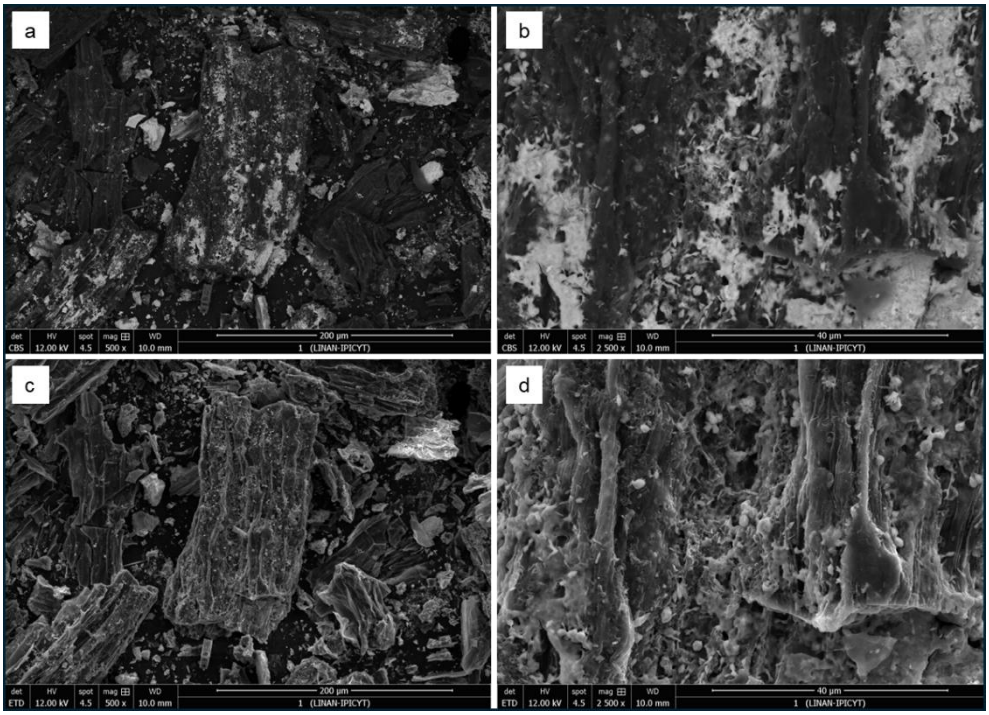


Figura 2.22 Micrografías PL + Ce 0.025 600 con detector de electrones retrodispersados a 500x (a) y 2500x (b) y electrones secundarios a 500x (c) y 2500x (d).

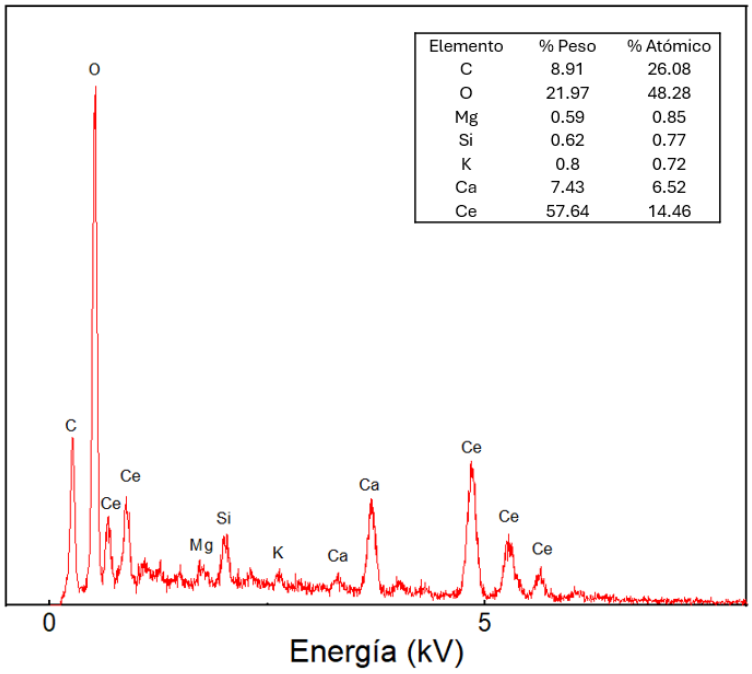


Figura 2.23 Espectro EDS de la superficie de PL + Ce 0.025 600

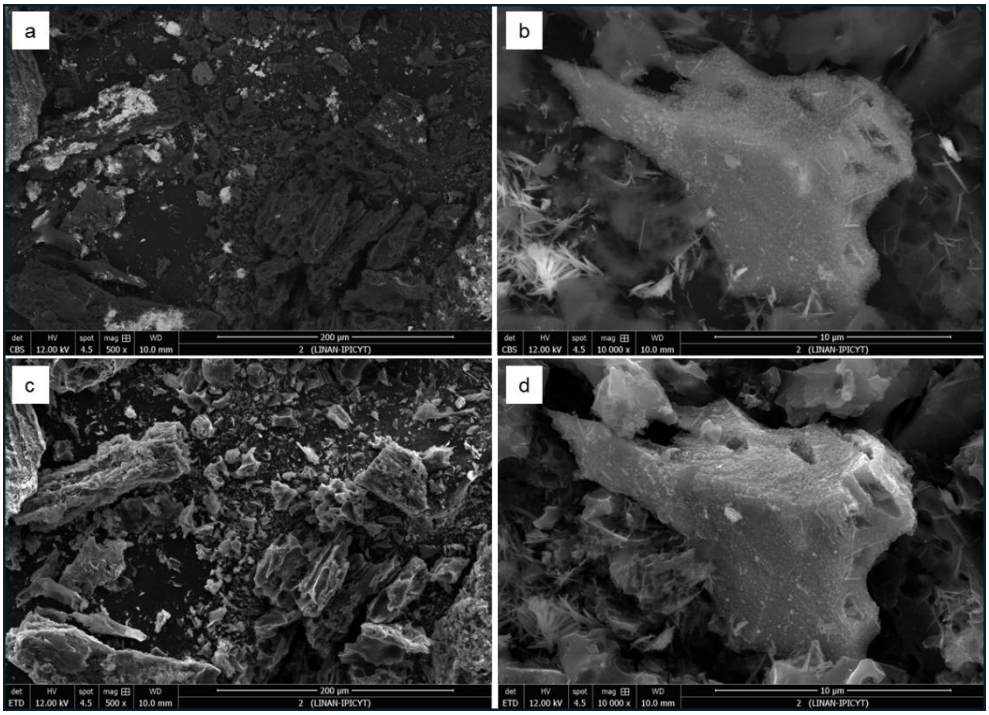


Figura 2.24 Micrografías de PL + Ce 0.025 600 saturado con F^- con detector de electrones retrodispersados a 500x (a) y 10,000x (b) y electrones secundarios a 500x (c) y 10,000x (d).

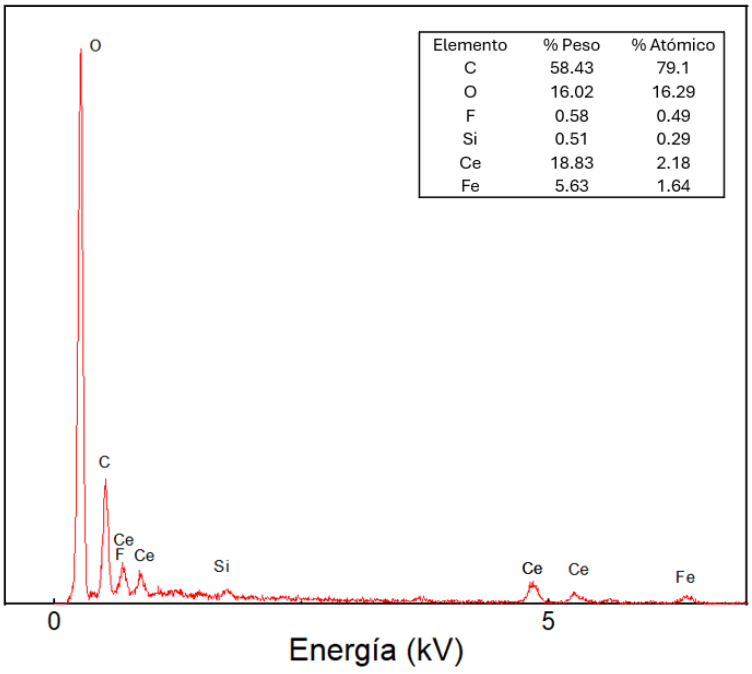


Figura 2.25 Espectro EDS de la superficie de PL + Ce 0.025 600 saturado con F^-.

En las Figuras 2.26 y 2.28 se muestran las micrografías obtenidas para los materiales modificados con melamina antes (PL + M) y después del tratamiento térmico (PL + M 1.5:1 800).

Para el primer material se observa que este conserva la morfología fibrosa de su precursor, con una superficie relativamente homogénea y sin cambios estructurales evidentes asociados a la impregnación con la melamina. El análisis EDS (Figura 2.27) muestra picos predominantes correspondientes al carbono (C), así como señales de baja intensidad asociadas a los elementos residuales encontrados en el lirio acuático.

Después del tratamiento térmico a 800 °C, las micrografías revelan una morfología más desarrollada, con un incremento en la rugosidad y presencia de cavidades, lo que se traduce en una apariencia más porosa. Se observa, además, la aparición de pequeñas estructuras esféricas distribuidas sobre la superficie que pueden asociarse a cúmulos de melamina sobre la superficie del material inducidos tras el tratamiento térmico. En el análisis EDS correspondiente (Figura 2.29) continúa predominando la presencia de carbono.

Tras la adsorción con fluoruro, la morfología observada (Figura 2.30) es similar a la del material previo a la saturación, manteniendo la estructura porosa y la presencia de pequeñas esferas sobre la superficie. En el análisis EDS (Figura 2.31), se identifica una señal de baja intensidad correspondiente al flúor, demostrando su presencia en el material, aunque a una baja concentración.

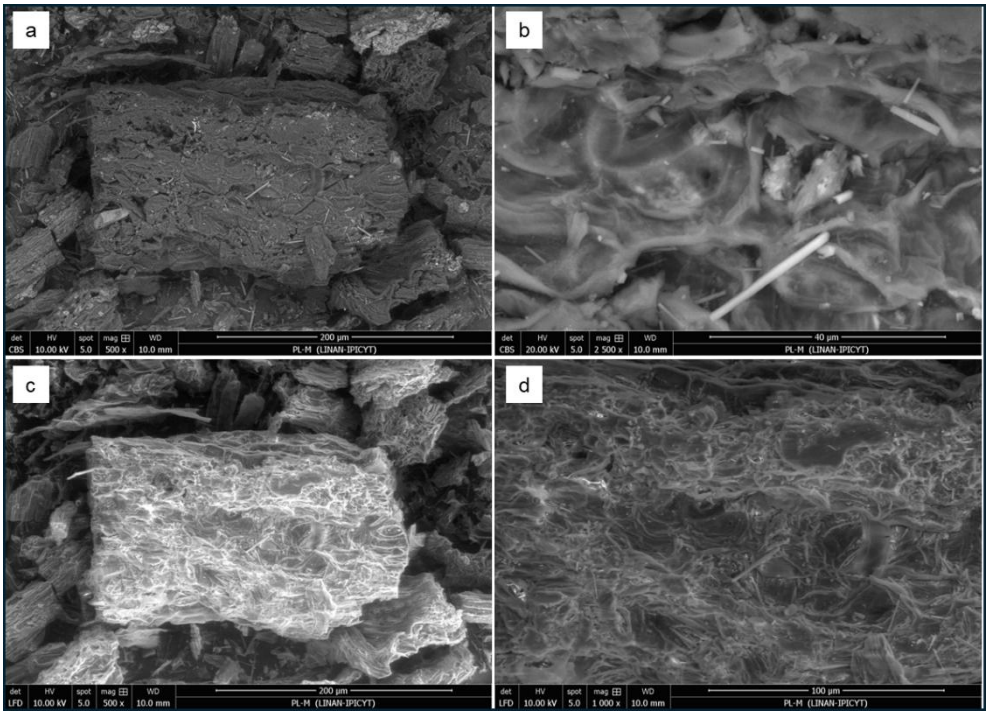


Figura 2.26 Micrografías de PL + M con detector de electrones retrodispersados a 500x (a) y 2,500x (b) y electrones secundarios a 500x (c) y 2,500x (d).

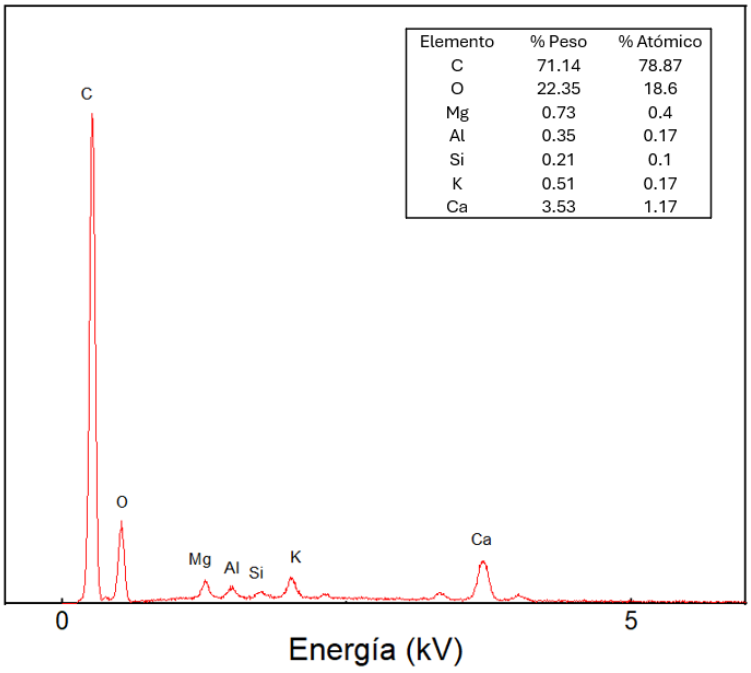


Figura 2.27 Espectro EDS de la superficie de PL + M.

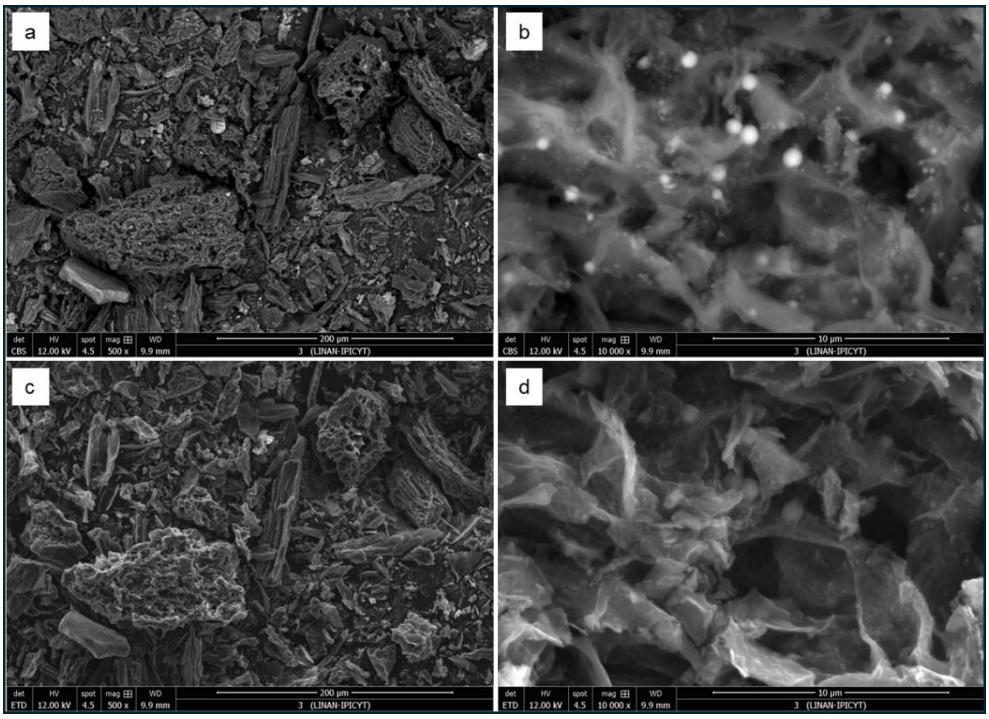
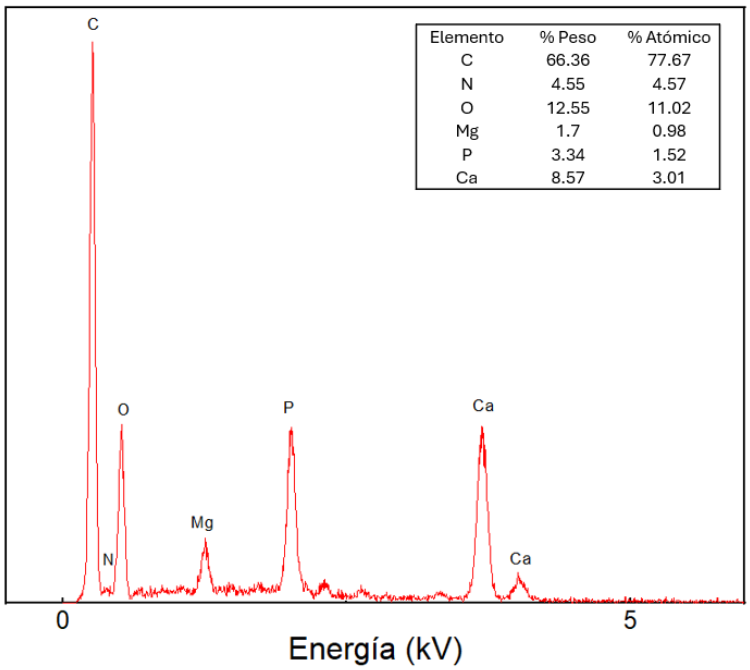


Figura 2.28 Micrografías de PL + M 1.5:1 800 con detector de electrones retrodispersados a 500x (a) y 10,000x (b) y electrones secundarios a 500x (c) y 10,000x (d).



Elemento	% Peso	% Atómico
C	66.36	77.67
N	4.55	4.57
O	12.55	11.02
Mg	1.7	0.98
P	3.34	1.52
Ca	8.57	3.01

Figura 2.29 Espectro EDS de la superficie de PL + M 1.5:1 800.

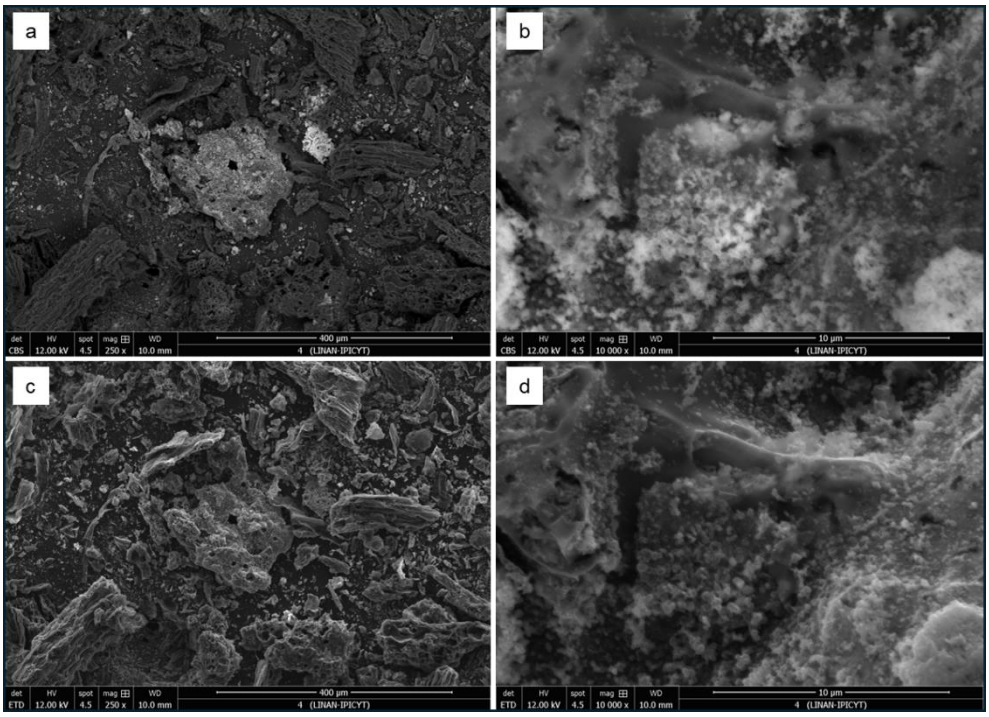
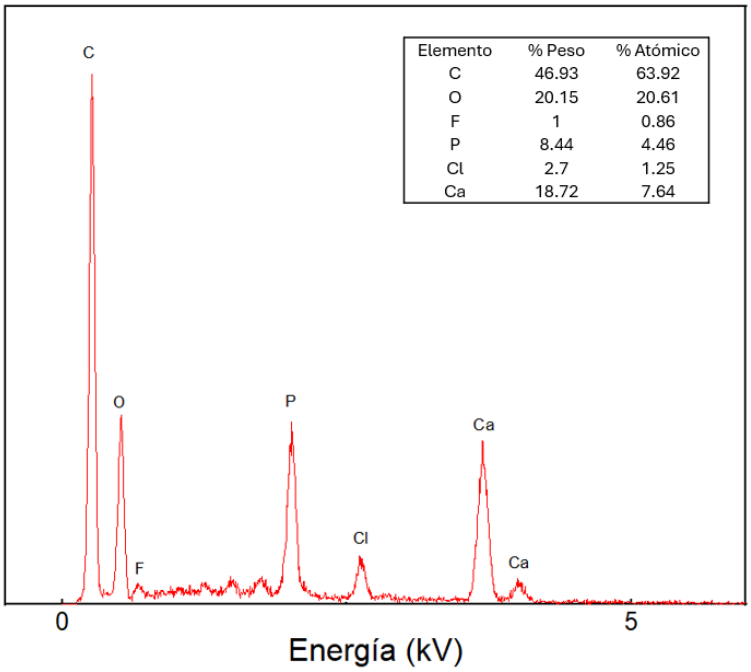


Figura 2.30 Micrografías de PL + M 1.5:1 800 saturado con F^- con detector de electrones retrodispersados a 500x (a) y 10,000x (b) y electrones secundarios a 250x (c) y 10,000x (d).



Elemento	% Peso	% Atómico
C	46.93	63.92
O	20.15	20.61
F	1	0.86
P	8.44	4.46
Cl	2.7	1.25
Ca	18.72	7.64

Figura 2.31 Espectro EDS de la superficie de PL + M 1.5:1 800 saturado con F^-.

2.3.2.4 Análisis Termogravimétrico (TGA)

En la Figura 2.32 se puede observar el comportamiento térmico de los materiales precursores (L y PL), así como del material modificado con cerio antes y después de aplicarle el tratamiento térmico a 600 °C. En todos los materiales se observa una pérdida inicial de masa entre los 30 a los 150 °C aproximadamente, atribuida a la pérdida de humedad absorbida en las muestras. Un segundo evento térmico se puede observar para el lirio acuático (L) alrededor de los 324 °C, asociado a la degradación térmica de la celulosa y hemicelulosa, comportamiento característico en la biomasa vegetal (Flores-Rojas et al., 2023).

Otra etapa de pérdida de masa se aprecia en un rango de 445 a 505 °C para todos los materiales. Este evento puede relacionarse con la degradación de la fracción de lignina, el cual ha sido reportado en la literatura entre los 440 y 520 °C (Medellín-Castillo et al., 2017). En los dos primeros materiales este evento se presenta en un rango de intensidad similar; sin embargo, en PL + Ce y PL + Ce 0.025 M 600, este pico de pérdida de masa presenta un ensanchamiento y menor intensidad en comparación con los materiales no modificados. Este comportamiento puede atribuirse a una pérdida de masa que ocurre de manera más gradual debido a la presencia de especies de cerio sobre la superficie, lo que genera una menor homogeneidad térmica. Además, se puede relacionar con la degradación de sales de nitrato que ha sido reportada en rangos de temperatura alrededor de los 450 °C. (Baqer et al., 2018; Hoshino et al., 1981)

Los eventos térmicos arriba de los 800 °C pueden asociarse a procesos de gasificación del carbono residual (Cortazar et al., 2023; Lai et al., 2012; Zou et al., 2024)

El lirio sin modificar presenta la mayor pérdida de peso con un porcentaje del 89 %. Seguido del lirio pirolizado con un porcentaje del 73 % perdido. Los materiales

modificados con cerio, en cambio, presentan pérdidas de peso más moderadas con un 47 y un 33 %.

En la Figura 2.33 se presenta el termograma de PL + Ce 0.025 M 600 antes y después de la adsorción de F^-. Ambos materiales presentan eventos térmicos similares, con ligeras variaciones en temperatura e intensidad de los picos en la región comprendida entre los 525 y 535 °C respectivamente. El material saturado con fluoruro muestra un desplazamiento aproximado de 10 °C y una disminución en la intensidad del pico encontrado a los 600 °C. Este comportamiento podría asociarse a las interacciones entre el F^- y los grupos funcionales de la superficie del material, lo cual puede modificar ligeramente la estabilidad térmica del sistema.

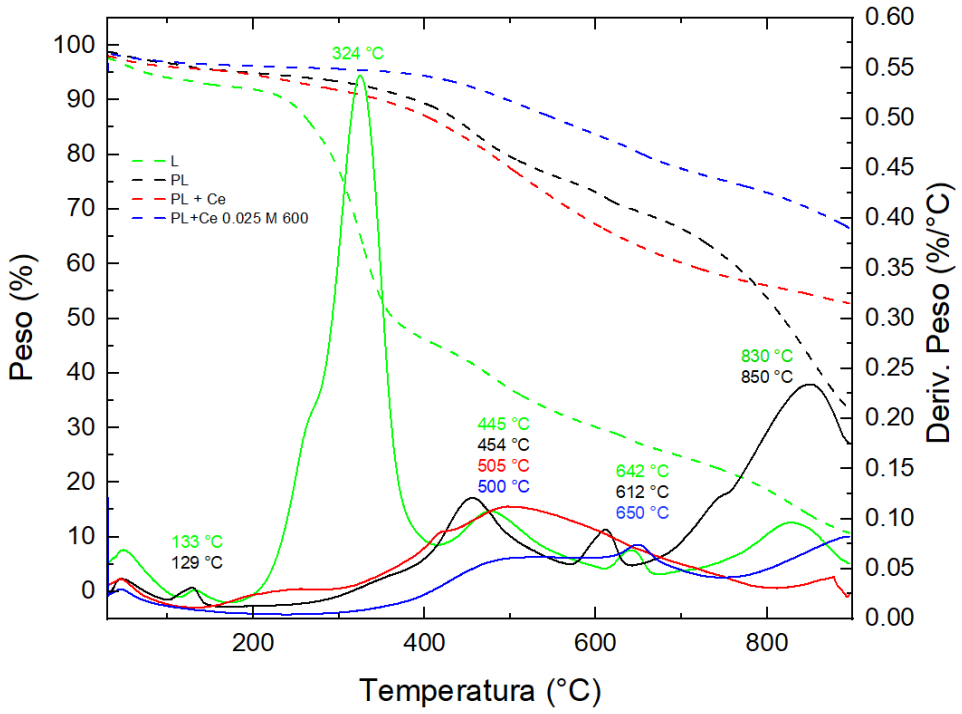


Figura 2.32 Análisis termogravimétrico de los materiales modificados con cerio.

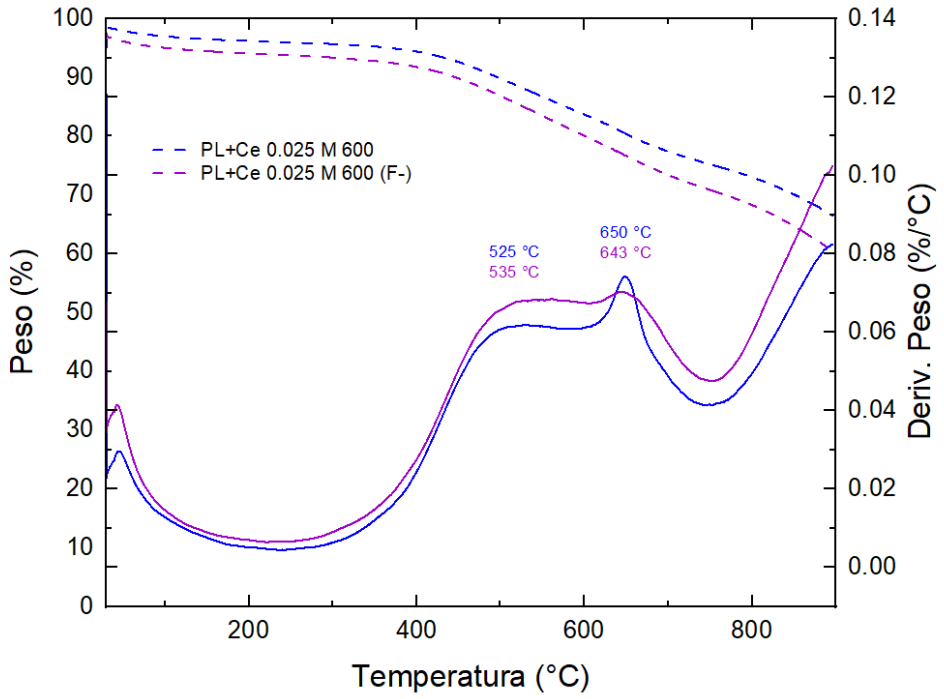


Figura 2.33 Análisis termogravimétrico de PL + Ce 0.025 M 600 antes y después de la adsorción de fluoruro.

El termograma de los materiales modificados con melamina se presenta en la Figura 2.34. El comportamiento de los materiales precursores L y PL fue descrito anteriormente en esta misma sección.

El material modificado con melamina (PL + M) presenta un evento térmico en un rango cercano a los 450 °C, seguido de otro alrededor de los 660 °C. Estos eventos son similares a los observados en PL, asociados a la degradación de la fracción carbonosa residual, con un desplazamiento de 40 a 50 °C y un incremento en intensidad, lo cual puede atribuirse a la descomposición de la melamina y su interacción con el material precursor (Pei et al., 2024).

Tras el tratamiento térmico a 800 °C (PL + M 1.5:1 800), este evento se desplaza nuevamente a un rango cercano a los 630 °C y pierde intensidad respecto a PL + M, indicando una menor pérdida de masa debido a la previa degradación de la melamina

durante el tratamiento térmico. A temperaturas por encima de los 800 °C, se observa otro evento de pérdida de masa para todos los materiales, el cual puede asociarse a procesos de reorganización estructural del material.

Finalmente, en la Figura 2.35 se muestra el termograma de PL + M 1.5:1 800 antes y después de la adsorción de fluoruro. Ambos materiales presentan eventos térmicos similares, destacando un pico alrededor de los 546 a 628 °C. Tras la adsorción de fluoruro se observa un ligero desplazamiento del pico hacia mayor temperatura y una disminución en su intensidad, lo que indica una pérdida de masa más gradual. Este comportamiento puede atribuirse a la interacción del fluoruro con los sitios activos en la superficie del material modificado con melamina, lo que genera una ligera estabilización térmica sin modificar de manera significativa la estructura del material. (Disa et al., 2011)

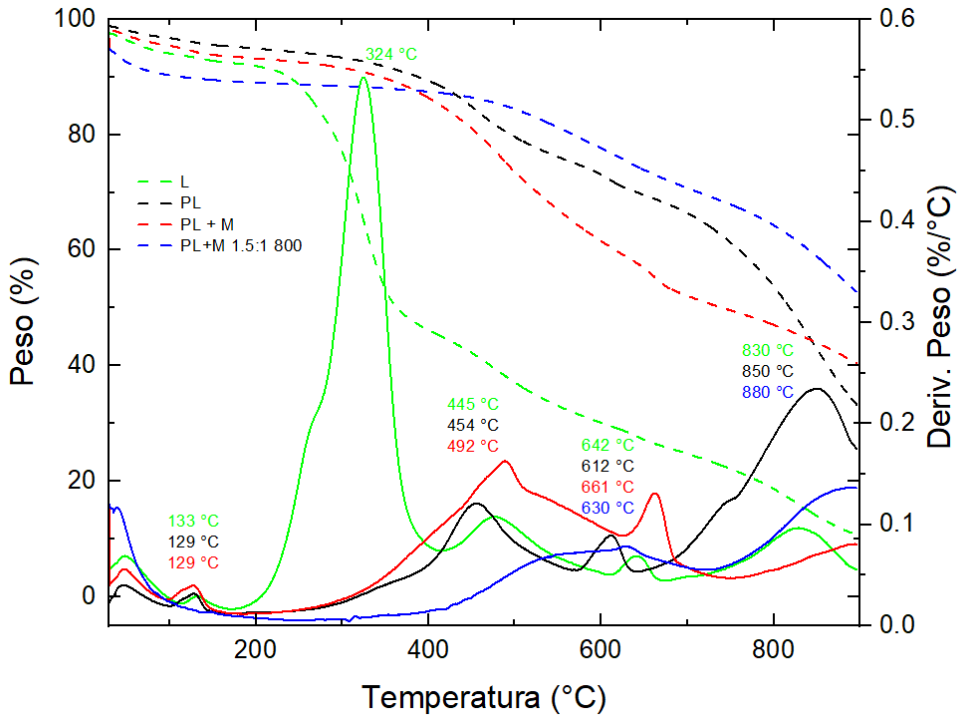


Figura 2.34 Análisis termogravimétrico de los materiales modificados con melamina.

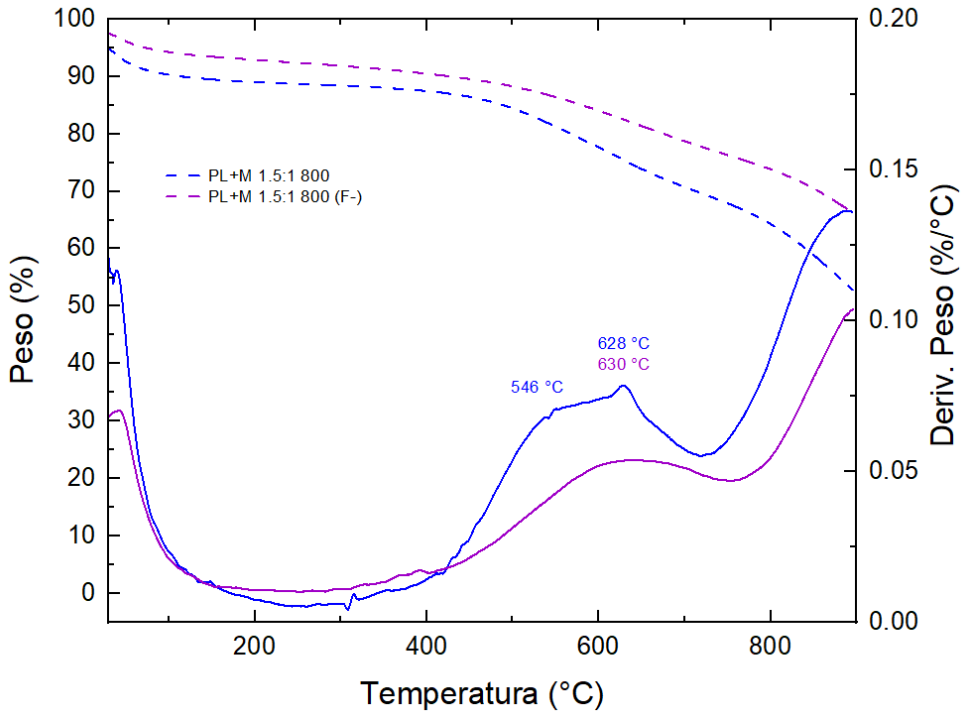


Figura 2.35 Análisis termogravimétrico de PL + M 1.5:1 800 antes y después de la adsorción de fluoruro.

Los cambios observados en los eventos térmicos después de la adsorción indican que el fluoruro modificó las especies o el entorno químico de los sitios superficiales del material, lo que evidencia una interacción entre el adsorbato y la superficie.

2.3.3 Mecanismo de adsorción

Con los resultados obtenidos en las pruebas de adsorción y en la caracterización fisicoquímica de los materiales, se propone que la remoción de fluoruro por los materiales modificados con cerio y melamina ocurre mediante un mecanismo combinado en el que intervienen principalmente interacciones electrostáticas, intercambio de ligandos o iones e interacciones superficiales con grupos funcionales. La contribución relativa de cada mecanismo depende de la naturaleza del modificante, las especies químicas presentes en la superficie y las condiciones de síntesis y adsorción. Debido a que en el presente trabajo no se realizaron técnicas como XPS, XRD de las fases modificadas o análisis

espectroscópicos específicos de la especie de fluoruro adsorbida, las interacciones químicas propuestas deben considerarse como mecanismos plausibles y consistentes con los resultados experimentales.

Uno de los principales factores que permiten explicar el comportamiento observado es el efecto del pH. Para todos los materiales modificados, la mayor capacidad de adsorción se obtuvo a pH 5, mientras que, en términos generales, la capacidad disminuyó al aumentar el pH hasta 9. En el caso de PL + Ce 0.025 M 600, la capacidad disminuyó de 2.34 mg g^{-1} a pH 5 a 0.96 y 0.32 mg g^{-1} a pH 7 y 9, respectivamente. De manera similar, PL + M 1.5:1 800 presentó capacidades de 2.78, 1.08 y 0.69 mg g^{-1} a pH 5, 7 y 9, respectivamente.

Este comportamiento es consistente con una mayor protonación de los grupos superficiales bajo condiciones ácidas. De manera general, un grupo hidroxilo superficial puede representarse mediante el siguiente equilibrio:

$$\equiv S - OH + H^+ \rightleftharpoons \equiv S - OH_2^+$$

donde $\equiv S$ representa la superficie del adsorbente

A valores bajos de pH, el desplazamiento del equilibrio hacia la especie protonada genera sitios superficiales con carga positiva que favorecen la atracción de especies aniónicas como F^-. El fluoruro puede aproximarse entonces a estos sitios mediante una interacción electrostática de tipo superficie–anión:

$$\equiv S - OH_2^+ + F^- \rightarrow \equiv S - OH_2^+ \cdots F^-$$

Por el contrario, al incrementar el pH disminuye la protonación de la superficie y aumenta la concentración de OH^- en la solución. Esto puede reducir la atracción electrostática hacia F^- y, adicionalmente, favorecer la competencia entre ambos aniones por determinados sitios de adsorción. Este comportamiento ha sido ampliamente observado en adsorbentes basados en óxidos de tierras raras y otros óxidos metálicos empleados para la remoción de fluoruro. Guoet al. (2025) propusieron que la defluoración sobre materiales Ce–Al–O soportados en carbón activado está gobernada principalmente por interacciones electrostáticas e intercambio de OH^- por F^-.

Materiales modificados con cerio

En superficies hidroxiladas, el fluoruro puede participar en procesos de intercambio de ligandos, por ejemplo:

$$\equiv M - OH + F^- \rightarrow \equiv M - F + OH^-$$

Donde M puede representar una especie metálica superficial, particularmente Ce^{+3} o $Ce^{+4.}$

Este tipo de reacción ha sido propuesto para materiales que contienen óxidos de cerio debido a la elevada afinidad de las especies de cerio por el fluoruro. En sistemas Ce–O/carbono se ha demostrado mediante FTIR y técnicas superficiales que los grupos M–OH disminuyen después de la adsorción, comportamiento compatible con el reemplazo de grupos hidroxilo por fluoruro (Guo et al., 2025)

En los materiales modificados con cerio, los resultados obtenidos muestran que la incorporación del modificante produjo un incremento considerable de la capacidad de adsorción respecto al PL sin modificar. La caracterización mediante SEM-EDS confirmó

la presencia de cerio sobre la superficie del material. Después del tratamiento térmico se observaron partículas o agregados de mayor definición, acompañados por una mayor señal de Ce en el análisis EDS. Esto indica que el tratamiento térmico no solamente modifica la matriz carbonosa, sino que favorece la transformación y concentración de las especies provenientes del precursor de cerio sobre la superficie, debido a que el nitrato de cerio y amonio $(NH_4)_2[Ce(NO_3)_6]$ presenta una descomposición térmica compleja en la que inicialmente se forman $Ce_2(NH_4)_3(NO_3)_9$ y especies de Ce (III), seguida de la transformación de estas últimas hacia CeO_2 a temperaturas mayores (Audebrand et al., 1996).

La interacción entre estas especies y el fluoruro puede explicarse mediante dos rutas complementarias. La primera corresponde al intercambio de ligandos entre grupos hidroxilo asociados al cerio y F^-:

$$\equiv Ce - OH + F^- \rightarrow \equiv Ce - F + OH^-$$

Este mecanismo es particularmente importante porque el grupo OH^- puede actuar como ligando superficial y ser desplazado por el fluoruro. Merodio-Morales et al. (2020), cuya propuesta fue utilizada como antecedente en esta investigación, plantearon precisamente la participación de grupos hidroxilo asociados al cerio en la remoción de F^- mediante intercambio de ligandos. (Du et al., 2025; Guo et al., 2025)

Los resultados de FTIR proporcionan evidencia de la participación de especies superficiales en la adsorción. En el material modificado con cerio reaparece una banda alrededor de 1040 cm^{-1} que puede estar relacionada principalmente con grupos C–O de la matriz, aunque también puede presentar contribución de especies Ce–OH. Filippova

et al. (2023). Después de la adsorción de fluoruro, en el material PL + Ce 0.025 M 600 se observaron cambios en intensidad, forma y posición de bandas asociadas con O–H, N–H y Ce–OH, lo que es compatible con la participación de estos grupos durante la interacción con el adsorbato.

La segunda ruta corresponde a la atracción electrostática. En condiciones ácidas, los grupos hidroxilo asociados al metal pueden protonarse:

$$\equiv Ce - OH + H^+ \rightleftharpoons \equiv Ce - OH_2^+$$

y posteriormente atraer al fluoruro:

$$\equiv Ce - OH_2^+ + F^- \rightarrow \equiv Ce - OH_2^+ \cdots F^-$$

Por lo tanto, la elevada adsorción observada a pH 5 puede ser consecuencia de la combinación de atracción electrostática y sustitución de grupos hidroxilo por fluoruro.

El incremento del área y del volumen de poro puede facilitar el transporte del fluoruro hacia regiones internas de la estructura; sin embargo, el área superficial por sí sola no explica completamente el comportamiento de adsorción, ya que el material modificado con melamina presentó un área considerablemente mayor y capacidades del mismo orden.

De manera complementaria, el análisis EDS del material saturado mostró una señal de fluoruro en la superficie. En particular, para PL + Ce 0.025 M 600 después de la adsorción se obtuvo una composición superficial que incluyó aproximadamente 0.58 % en peso de F y 18.83 % de Ce. Esta evidencia confirma la presencia de fluoruro en la región analizada después del proceso de adsorción y, junto con las modificaciones

observadas mediante FTIR, respalda la interacción entre F^- y los sitios asociados al cerio. Sin embargo, debido a la naturaleza semicuantitativa y localizada del EDS, la presencia de F no permite determinar por sí sola si éste se encuentra unido mediante un enlace Ce–F, retenido electrostáticamente o asociado a otra especie superficial.

Materiales modificados con melamina

En los materiales modificados con melamina, el mecanismo propuesto presenta una naturaleza diferente. Mientras que el cerio proporciona sitios metálicos capaces de participar en intercambio de ligandos con F^-, la melamina introduce una elevada concentración de átomos de nitrógeno que pueden modificar la carga superficial y generar sitios capaces de interactuar con especies aniónicas.

La melamina, $C_3H_6N_6$, posee un anillo de s-triazina rico en nitrógeno y tres grupos amino. Durante el tratamiento térmico, especialmente bajo atmósfera inerte y a temperaturas superiores a aproximadamente 500 °C, puede experimentar procesos de condensación que conducen a especies nitrogenadas progresivamente más condensadas, incluyendo melem, melon y estructuras relacionadas con g-C_3N_4. La formación de g-C_3N_4 a partir de melamina mediante condensación térmica ha sido ampliamente estudiada (Pei et al., 2024)

La interacción del material nitrogenado con el fluoruro puede comenzar mediante la protonación de los átomos de nitrógeno:

$$\equiv N + H^+ \rightleftharpoons \equiv NH^+$$

La especie protonada puede entonces atraer electrostáticamente al fluoruro:

$$\equiv NH^{+} + F^{-} \rightarrow \equiv NH^{+} \cdots F^{-}$$

Este mecanismo explica de manera consistente la mayor capacidad observada en condiciones ácidas. La melamina presenta sitios básicos asociados con los átomos de nitrógeno, por lo que su protonación es favorecida al disminuir el pH. La presencia de grupos nitrogenados protonables puede generar sitios positivos capaces de concentrar aniones en la superficie.

En materiales de carbono modificados con g-C_3N_4 se ha propuesto que los grupos C–N participan directamente en interacciones superficiales con F^- (Pei et al., 2024).

Por lo tanto, además de la interacción electrostática, es posible proponer una contribución de interacción superficial específica entre F^- y especies nitrogenadas, esto puede representarse como:

$$\equiv C - N + F^{-} \rightleftharpoons \equiv C - N \cdots F^{-}$$

El material preparado sin tratamiento térmico presentó una capacidad de 0.77 mg g^{-1} a pH 5, mientras que ésta aumentó a 0.79, 1.50 y 1.88 mg g^{-1} después de tratamientos a 400, 600 y 800 °C, respectivamente. El material preparado con una relación de 1.5:1 a 800 °C alcanzó 2.78 mg g^{-1}. Esto indica que la simple presencia de melamina no es suficiente para alcanzar el mejor desempeño; la transformación térmica modifica tanto la composición química como la estructura superficial del material.

El FTIR también evidencia esta transformación. En PL + M 1.5:1 800 se identificó una banda alrededor de 1250 cm^{-1} asociada con enlaces C–N y una banda alrededor de 1730 cm^{-1} asociada con grupos carbonilo. Esta última no debe interpretarse como una banda generada directamente por la melamina, sino como parte de la reorganización de

las especies oxigenadas presentes en la matriz durante el tratamiento térmico. Después de la adsorción se observaron modificaciones en la intensidad y forma de estas bandas, lo cual sugiere cambios en el entorno químico de los grupos superficiales involucrados.

En conjunto, los resultados indican que la adsorción de fluoruro sobre los materiales sintetizados podría estar gobernada por un mecanismo combinado que incluye interacciones electrostáticas y/o intercambio iónico que son favorecidos a pH ácido y efectos asociados a la morfología y porosidad del material. En ambos casos, el desarrollo de la textura superficial y la accesibilidad de los sitios activos facilitan el transporte del fluoruro hacia la superficie. Los cambios observados después de la adsorción mediante FTIR, SEM-EDS y TGA constituyen evidencia complementaria de la modificación del entorno superficial, aunque no permiten establecer por sí solos la naturaleza exacta de los enlaces formados.

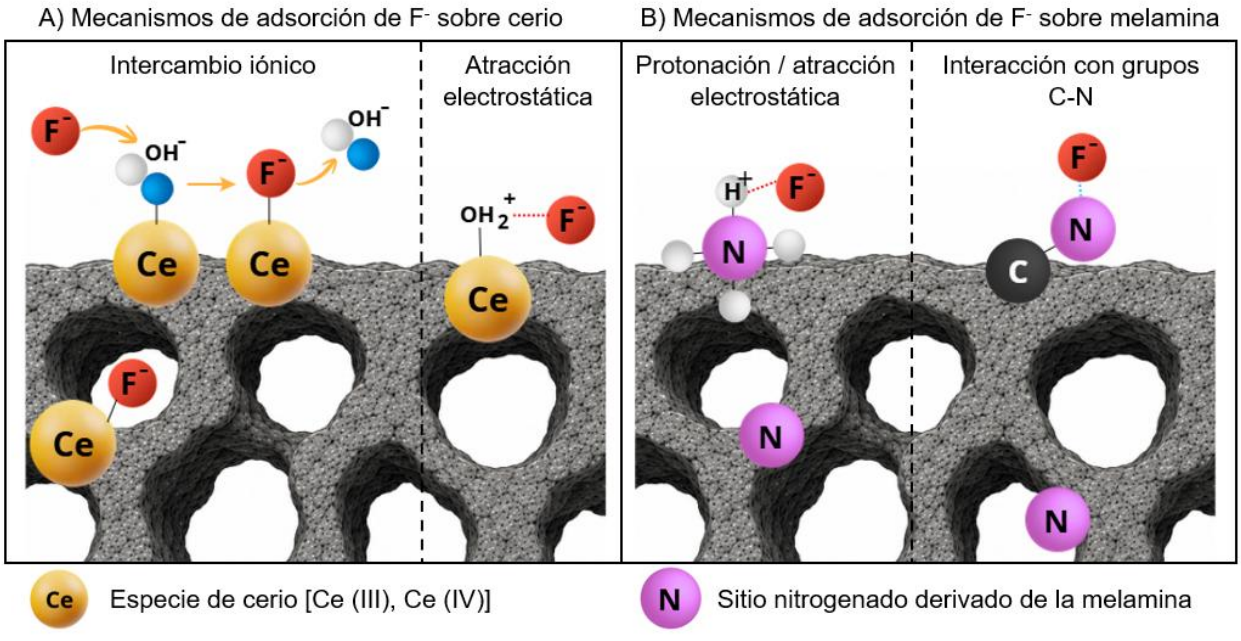


Figura 2.36 Representación gráfica de los mecanismos de adsorción de fluoruro (F^-) propuestos para los materiales modificados con cerio (A) y los materiales modificados con melamina (B).

Conclusiones

En este capítulo se sintetizaron y evaluaron mediante pruebas de adsorción y caracterizaciones fisicoquímicas diversos materiales sintetizados a partir de lirio acuático mediante procesos de pirólisis y modificación química con cerio y melamina, con el objetivo de analizar su capacidad para remover fluoruro en solución acuosa.

Las pruebas de adsorción demostraron que tanto la modificación física mediante pirólisis como la modificación química favorecieron el rendimiento de los materiales; además, el pH también fue un factor determinante, demostrándose que a pH ácido la remoción de fluoruro es mayor que a un pH neutro o alcalino.

Asimismo, se sentó un precedente de cómo las distintas temperaturas y proporciones químicas de modificación también tienen influencia sobre la capacidad de adsorción, ya que ciertas condiciones favorecen la deposición de los agentes modificantes sobre la superficie del material.

El análisis FTIR permitió obtener información sobre el comportamiento de los grupos funcionales en la superficie del lirio antes y después de cada etapa del proceso. Se observaron para el lirio acuático grupos funcionales reportados comúnmente en la bibliografía para este material. Tras la modificación con cerio se observaron posibles enlaces metálicos asociados a la formación de complejos y especies de óxido de cerio y tras la adsorción, estas bandas presentan ligeros desplazamientos, sugiriendo la participación de estos grupos en la adsorción. En el estudio termogravimétrico, también se observaron eventos térmicos asociados a la presencia de cerio, con desplazamientos tras la adsorción de fluoruro.

Eventos similares se observaron para los materiales modificados con melamina, donde el FTIR mostró bandas de grupos funcionales asociados con un alto contenido de nitrógeno en los materiales tras la modificación, y que perdieron intensidad tras la saturación con fluoruro; y en el TGA de la misma manera, el evento térmico asociado a la melamina pierde intensidad tras la adsorción del anión.

Las caracterizaciones SEM-EDS confirmaron la impregnación de los modificantes sobre la superficie del lirio y permitieron demostrar cómo el tratamiento térmico consolida esta deposición.

Finalmente, se demostró cómo el lirio acuático muestra potencial como alternativa de adsorbente sustentable y de bajo costo, revalorizándolo y reintegrándolo a un proceso de economía circular y potencialmente disminuyendo los efectos negativos como especie invasora en cuerpos de agua.

También, se puede continuar evaluando el cerio y la melamina como potenciales agentes modificantes de biomasas para la remoción de fluoruro, pudiendo explorar a futuro distintas condiciones de modificación para crear materiales aún más eficientes.

3. Síntesis de carbón activado a partir de lirio acuático para la remoción de contaminantes

3.1 Introducción

En la búsqueda de materiales sustentables para la síntesis de adsorbentes que promuevan la remoción del fluoruro en agua, no se puede dejar de lado el carbón activado. Este material es considerado el adsorbente por excelencia gracias a sus propiedades, siendo su característica más destacada su elevada área específica.

Los carbones activados pueden producirse a partir de diversos materiales ricos en carbono, como carbón mineral, madera y biomasa vegetal, entre otros. Si bien algunas materias primas tradicionales no son del todo sustentables, ya que dependen de la tala o la minería, existen otras alternativas con menor huella ecológica como residuos agroindustriales o biomasa de especies vegetales invasoras que pueden ser revalorizadas para la síntesis de carbones activados de bajo costo.

El lirio acuático (Eichhornia crassipes) es una alternativa para este propósito debido a su abundancia y a ser un material rico en carbono. Como se mencionó en el capítulo anterior, este material posee propiedades que lo vuelven un gran candidato para sintetizar adsorbentes, ya sea de manera directa o mediante procesos de modificación; sin embargo, también puede someterse a un proceso de activación para desarrollar su porosidad y sus propiedades de textura.

Entre los distintos métodos de activación existentes, la activación química con hidróxido de potasio (KOH) ha demostrado ser uno de los más eficientes, tal como se expone en la sección 1.5.5.

No obstante, un área específica elevada puede no ser suficiente para garantizar una alta afinidad del material por el fluoruro, por lo que resulta de interés no solo evaluar la capacidad de adsorción del carbón activado, sino también realizar modificaciones químicas al material que incorporen sitios activos a su superficie y así incrementar su afinidad por el fluoruro.

En este estudio, se seleccionaron nuevamente el cerio y la melamina como agentes modificantes debido a las propiedades descritas en el capítulo anterior, y a que ambos demostraron incrementar la capacidad de adsorción de los materiales derivados de lirio acuático evaluados. De esta manera, se busca evaluar si este efecto también se presenta cuando se aplica a un material con mayor porosidad como lo es el carbón activado.

Por todo lo anteriormente expuesto, en este capítulo se aborda la síntesis de carbones activados obtenidos a partir de lirio acuático mediante activación química con KOH, así como su posterior modificación con cerio y melamina para evaluar su capacidad de remoción de fluoruro en medio acuoso. Asimismo, se busca determinar el efecto de la activación y de las modificaciones químicas sobre el desempeño del material como adsorbente, y mediante caracterizaciones fisicoquímicas, se busca relacionar las propiedades de los materiales con su comportamiento para proponer un mecanismo de adsorción del fluoruro sobre los distintos materiales.

3.2 Materiales y Métodos

3.2.1 Obtención de materia prima

Para la síntesis de carbón activado, el lirio acuático fue recolectado del canal ubicado dentro del Parque Tangamanga I en San Luis Potosí, México. El procedimiento fue el mismo que se describe en la sección 2.2.1, ya que de dicha colecta se obtuvo la materia prima suficiente para ambos experimentos.

3.2.2 Síntesis de carbón activado

Distintas variantes de carbón activado se sintetizaron a partir del lirio acuático. Primero se carbonizó el lirio acuático mediante pirólisis a 400 °C, tal como se describe en la sección 2.2.2 del capítulo anterior. Esta pirólisis previa a la activación se llevó a cabo con el fin de preservar parte de la forma y estructura del material y obtener un carbón más granular, evitando un carbón activado demasiado pulverizado con el que fuera difícil trabajar.

A partir del lirio pirolizado se llevó a cabo el proceso de activación química. Primeramente, se llevó a cabo una impregnación del pirolizado con KOH en una relación de peso 1:1 en un vaso de precipitado con 30 ml de agua desionizada y se sometió a agitación a 300 rpm durante 2 horas. Posterior a la agitación, se dejó la mezcla en reposo durante 10 horas y finalmente se secó en una estufa a 100 °C por 12 horas. Una vez seca, la mezcla se introdujo en un horno tubular marca Carbolite, modelo TZF, bajo un flujo continuo de gas nitrógeno de 150 mL min^{-1}, a 700 °C durante 1 hora con una rampa de calentamiento de 5 °C min^{-1}. Posteriormente, el carbón activado se sometió a un lavado utilizando HCl 2 M por 3 horas en agitación para eliminar el potasio residual y

finalmente se realizaron lavados con agua desionizada por medio de filtración hasta ajustar a un pH neutro. El material se secó en estufa por 12 horas y se almacenó en un envase de polipropileno. Para este proceso se utilizaron 12 gramos de lirio pirolizado y 12 gramos de KOH, y se obtuvieron como producto final de la síntesis 4.2 gramos de carbón activado.

El procedimiento se muestra en la Figura 3.1

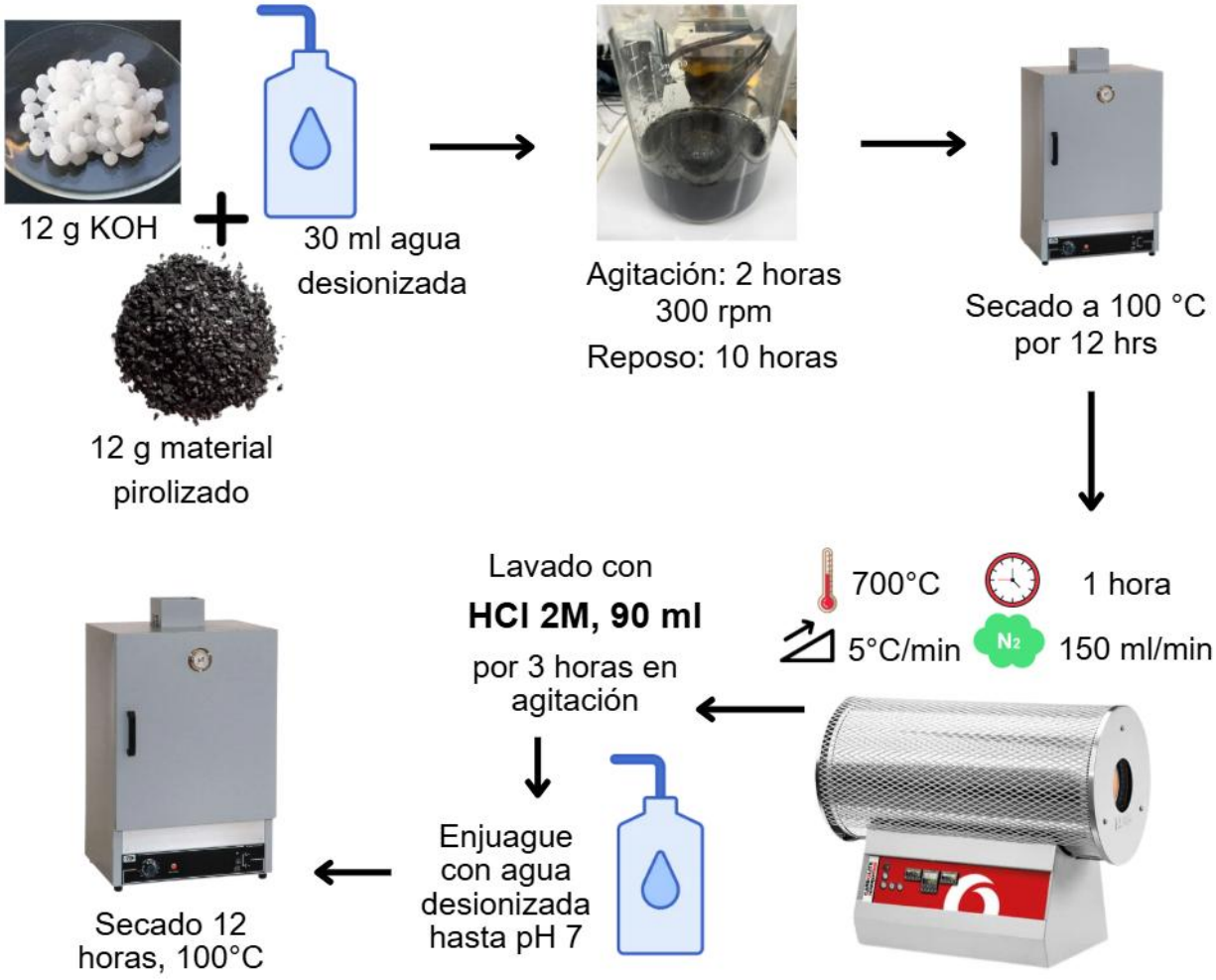


Figura 3.1 Proceso de síntesis de carbón activado

3.2.3 Modificación de carbón activado

El carbón activado obtenido fue modificado con el fin de mejorar su afinidad por el fluoruro. Las modificaciones se realizaron tomando como parámetro de referencia los mejores resultados obtenidos en el capítulo anterior para el cerio y para la melamina; es decir, en el capítulo anterior se evaluaron distintas condiciones de concentración y temperatura de los dos agentes modificantes; en esta ocasión, solo se realizó una modificación para cada modificante empleando la concentración y la temperatura que presentaron mejores resultados.

3.2.3.1 Modificación química con cerio

La primera modificación química del carbón activado comenzó con la preparación de 200 mL de solución 0.025 M de nitrato de cerio y amonio (NH4)2[Ce(NO3)6], disolviendo 2.80 gramos de sal en un matraz de 200 mL con agua desionizada. En un vaso de precipitado se colocaron 4 gramos de carbón activado con la solución y la mezcla se mantuvo en agitación durante 2 horas, seguida de un periodo de 12 horas de reposo para llevar a cabo la impregnación. Posteriormente, la mezcla se colocó sobre una placa de calentamiento a 80 °C bajo una fuente de luz infrarroja durante 8 horas, y una vez evaporada el agua, se sometió a un tratamiento térmico a 600 °C durante 1 hora bajo un flujo continuo de gas nitrógeno de 150 mL min^{-1}, con una rampa de calentamiento de 5 °C min^{-1}.

El tratamiento térmico favorece la eliminación de especies volátiles y la descomposición del precursor, promoviendo la concentración y permanencia de las especies de Ce sobre la superficie del carbón activado.

Después de enfriarse a temperatura ambiente, el material se lavó con agua desionizada y con ayuda de una bomba de vacío hasta estabilizar el pH. Finalmente, el material se secó y se almacenó en un recipiente de polipropileno.

3.2.3.2 Modificación química con melamina

La segunda modificación del carbón activado se llevó a cabo con melamina en una proporción de 1.5:1, empleando 2.7 g de melamina y 4 g de carbón. Ambos sólidos fueron colocados en un vaso de precipitado junto con 40 mL de etanol como disolvente, donde la mezcla se mantuvo en agitación magnética durante 5 horas. Después de la mezcla, el disolvente se evaporó colocando el vaso de precipitado sobre una placa de calentamiento a 80 °C bajo calor infrarrojo durante 4 horas hasta que se obtuvo únicamente el sólido, el cual fue sometido a un tratamiento térmico en un horno tubular a 800 °C, bajo un flujo continuo de gas nitrógeno de 150 mL min^{-1}, durante 1 hora, con una rampa de calentamiento de 5 °C min^{-1}. El tratamiento térmico favorece la transformación y condensación de las especies derivadas de la melamina, permitiendo la incorporación de especies nitrogenadas sobre la superficie del carbón activado.

Posteriormente, se realizó el mismo proceso que con la modificación anterior; el material fue lavado con agua desionizada hasta estabilizar el pH, se secó y se almacenó.

En total se obtuvieron tres materiales derivados del proceso de activación y de las modificaciones químicas realizadas. Los materiales se describen en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1 Carbones activados sintetizados

#	Material	Abreviatura
17	Carbón Activado KOH	CA
18	Carbón activado KOH + Cerio	CA + Ce
19	Carbón activado KOH + Melamina	CA + Mel

3.2.4 Equilibrio de adsorción de fluoruro sobre carbón activado

Para estudiar el equilibrio de adsorción de fluoruro sobre los tres materiales sintetizados, se realizaron pruebas de adsorción en un sistema de lote.

Los experimentos se llevaron a cabo en tubos de centrífuga de polipropileno de 50 mL, colocando 0.05 g de cada carbón activado en contacto con 40 mL de una solución de fluoruro con una concentración de 10 mg L^{-1}. Dicha solución fue elaborada a partir de una solución de 100 mg L^{-1}, diluyendo 50 mL en un matraz aforado de 500 mL con agua desionizada.

Los experimentos fueron realizados a valores de pH 5, 7 y 9 a partir de la misma solución inicial, ajustada a su respectivo pH con HCl o NaOH previo al contacto con el material, con el objetivo de evaluar su efecto sobre el proceso de adsorción.

Los materiales se mantuvieron en contacto con la solución por un periodo de 7 días a una temperatura controlada de 25 °C, durante este periodo, dos veces por día, las muestras fueron agitadas en un agitador orbital por un periodo de 10 min, y se realizaron ajustes de pH para mantenerlo constante empleando soluciones de NaOH y HCl en concentraciones de 0.1 y 0.01 N.. Además, se reservó una alícuota de 10 mL de las soluciones de fluoruro para evaluar la concentración inicial de los experimentos.

La masa de fluoruro adsorbida en cada experimento se determinó mediante un balance de masa descrito en la sección 2.2.3.

3.2.4.1 Isotermas de adsorción

Los tres carbones activados fueron empleados para determinar las isotermas de adsorción con el objetivo de establecer una relación entre la masa adsorbida de fluoruro en el equilibrio (q_e) y la concentración de fluoruro en el equilibrio (C_e).

Para las pruebas de adsorción se siguieron las mismas condiciones experimentales y la metodología descrita en la sección 2.2.3.1: soluciones de fluoruro de 6, 8, 10, 20 y 30 mg L^{-1} a un pH único de 7 y 25 °C.

Los resultados del equilibrio de adsorción fueron ajustados a los tres modelos de isotermas de adsorción descritos en la sección 1.5.2.: Langmuir, Freundlich y Prausnitz-Radke, para identificar el modelo que presentara el menor porcentaje de error con el objetivo de interpretar los datos del equilibrio de adsorción de los carbones activados.

3.2.4.2 Determinación de fluoruro en solución acuosa

La concentración de fluoruro en solución acuosa para los experimentos de equilibrio de adsorción y para las isotermas de adsorción se determinó mediante el método de electrodo selectivo de iones 4500-F^-; el cual es descrito en la sección 2.2.3.2

3.2.5 Caracterización de los carbones activados

Con el fin de determinar las propiedades físicas y químicas de los carbones activados, estos se sometieron a diversas técnicas de caracterización. Se realizó fisisorción con nitrógeno para determinar porosidad y propiedades de textura; espectroscopía infrarroja (FTIR) para determinar los grupos funcionales en la superficie

del material; y microscopía electrónica de barrido con espectroscopía de energía dispersiva (SEM-EDS) para observar la morfología superficial y obtener una composición elemental semicuantitativa.

Además, para el análisis FTIR también se analizaron los materiales saturados con fluoruro, obtenidos a partir de las pruebas de adsorción, con el propósito de observar los cambios en los grupos funcionales de la superficie de los materiales, asociados a los mecanismos de adsorción.

3.2.5.1 Fisisorción con nitrógeno

Los datos experimentales de las pruebas de equilibrio de adsorción con nitrógeno (N_2) para determinar las propiedades de textura de los carbones activados se obtuvieron bajo las mismas condiciones y bajo la misma metodología descrita en la sección 2.2.4.1.

3.2.5.2 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

La determinación de los grupos funcionales presentes en la superficie de los carbones activados se obtuvo de acuerdo con el procedimiento descrito en la sección 2.2.4.2

Debido a la alta absorbancia infrarroja de los carbones activados, las muestras se prepararon utilizando el *método pellet*, el cual consiste en mezclar una pequeña cantidad de muestra con bromuro de potasio (KBr) y someter la mezcla a alta presión para formar una pastilla sólida, delgada y semitransparente. El objetivo es dispersar el material en una matriz transparente a la luz infrarroja, ya que el bromuro de potasio no presenta bandas de absorción significativas en el rango del infrarrojo, permitiendo obtener un

espectro con mayor resolución para identificar los grupos funcionales en la superficie del material (Kintek Press, 2026)

Para este análisis también se analizaron las muestras de CA + Ce y CA + Mel saturadas con fluoruro.

3.2.5.3 Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopía de Energía Dispersiva (SEM-EDS)

Las condiciones y preparación de la muestra para obtener las micrografías y el análisis EDS de los carbones activados se encuentran en la sección 2.2.4.3.

3.3 Resultados y Discusión

3.3.1 Equilibrio de adsorción de fluoruro sobre carbón activado

En la Tabla 3.2 se presentan los resultados de equilibrio de adsorción obtenidos para los carbones activados y sus materiales precursores. Las pruebas se realizaron a valores de pH de 5, 7 y 9 empleando una solución de fluoruro con concentración inicial de 10 mg L^{-1}

Tabla 3.2 Resultados de equilibrio de adsorción de carbón activado

			Capacidad de adsorción (mg g^{-1})		
#	Material	Agente modificante	pH 5	pH 7	pH 9
1	Lirio		0.44	0.16	0.23
2	Pirolizado Lirio		0.88	0.28	0.10
17	CA		1.26	0.69	0.22
18	CA + Ce	Cerio	3.27	0.95	0.39
19	CA + Mel	Melamina	1.86	0.88	0.22

El material que demostró una mayor capacidad de adsorción de fluoruro para todos los valores de pH fue el carbón activado modificado con cerio (CA + Ce). A un pH de 5, el material presentó una remoción de fluoruro de 3.27 mg g^{-1}, lo que representa un incremento de 2.6 veces con respecto al carbón activado sin modificar, cuyo valor máximo fue de 1.26 mg g^{-1} bajo las mismas condiciones. De igual forma, el carbón activado modificado con melamina (CA+ Mel) también mostró una mejora en comparación con el carbón activado a pH de 5 y de 7, alcanzando capacidades de adsorción de 1.86 y 0.88 mg g^{-1}, respectivamente.

En contraste, a un pH de 9 la capacidad de adsorción disminuyó para los tres carbones activados, observándose valores similares para CA y CA + Mel (0.22 mg g^{-1}), mientras que CA + Ce siguió mostrando un comportamiento ligeramente superior (0.39 mg g^{-1}).

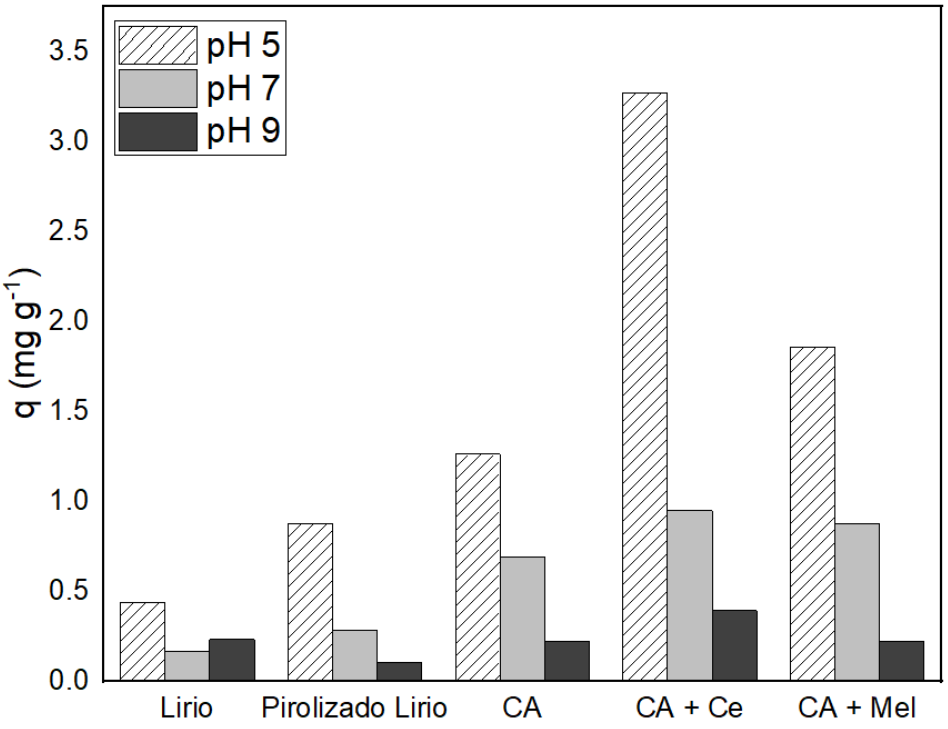


Figura 3.2 Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción de fluoruro de los carbones activados y sus precursores

En la Figura 3.2 se muestra el efecto del pH sobre la capacidad de adsorción de los materiales. En esta figura se aprecia que, en todos los casos, la adsorción se favorece a un pH ácido y disminuye conforme aumenta el valor de pH, a excepción del material precursor inicial (Lirio acuático).

El comportamiento de adsorción de los materiales sigue un patrón similar al presentado en el capítulo anterior y sugiere que el proceso de adsorción puede estar influenciado por el pH de la solución; a valores de pH ácido, la superficie del adsorbente puede protonarse favoreciendo interacciones electrostáticas entre el material y el anión fluoruro, mientras que en condiciones alcalinas la competencia con los grupos OH^- disminuye este efecto, no obstante, es probable que además de las interacciones electrostáticas, estén involucrados otros mecanismos de adsorción, los cuales se discutirán más adelante con base en los resultados de las caracterizaciones de los materiales.

En cuanto a los materiales evaluados, los resultados evidencian que la síntesis de carbón activado incrementó la capacidad de adsorción de fluoruro respecto al lirio y al lirio pirolizado. Este comportamiento puede atribuirse al desarrollo de una estructura más porosa propia de un carbón activado y al incremento del área específica que favorece la disponibilidad de sitios activos para la adsorción.

El incremento de la capacidad de remoción de fluoruro observado para los materiales modificados con cerio y con melamina es consistente con la tendencia presentada en el capítulo anterior, en el cual se discute cómo estos agentes incorporan características específicas a la superficie de los materiales, volviéndolos más afines al fluoruro.

3.3.1.1 Isotermas de adsorción

Para interpretar los datos experimentales de capacidad de adsorción de los carbones activados a pH 7 y 25 °C. Se emplearon los modelos de isoterma de Freundlich, Langmuir y Prausnitz-Radke

Los valores de las constantes requeridas para cada modelo se obtuvieron con ayuda de la herramienta *Solver* de Microsoft Excel. Estos parámetros se reportan en la Tabla 3.3, junto con el porcentaje de desviación de cada isoterma para determinar aquella que mejor ajuste los datos experimentales.

Tabla 3.3 Parámetros de los modelos de isotermas de Freundlich, Langmuir y Prausnitz-Radke para adsorción de fluoruro sobre carbones activados a pH 7 y T = 25 °C

Material	Freundlich			Langmuir			Prausnitz-Radke			
	K ($L^{1/n}$ $mg^{1/n-1}$ g^{-1})	n	%D	q_m (L g^{-1})	K (L mg^{-1})	%D	a (L g^{-1})	b (L mg^{-1})	β	%D
CA	0.19	1.52	3.17	13.98	0.70	28.69	0.15	0.09	0.81	**2.75**
CA + Ce	0.35	1.80	**5.70**	3.99	0.05	6.10	0.23	0.10	0.90	6.32
CA + Mel	0.33	1.65	6.58	4.20	0.05	**4.26**	0.22	0.06	0.95	4.32

Para el carbón activado, el menor porcentaje de desviación se obtuvo ajustando los datos a la isoterma de Prausnitz-Radke, con un porcentaje del 2.75. Mientras que para CA + Ce, el valor mínimo lo arrojó la isoterma de Freundlich con 5.70% y Langmuir para CA + Mel con 4.26%.

Utilizando el modelo seleccionado para cada material, las isotermas de adsorción se muestran en la Figura 3.3, donde se observa que, para los tres materiales, la capacidad de adsorción aumenta conforme incrementa la concentración de equilibrio del

fluoruro. Este comportamiento indica que una mayor disponibilidad de adsorbato favorece la ocupación de los sitios activos presentes en la superficie del material.

Se observa además que el carbón activado modificado con melamina presentó las mayores capacidades de adsorción en el intervalo de concentraciones evaluado, seguido del material modificado con cerio y, finalmente, el carbón activado sin modificar. Esto indica que ambos procesos de modificación favorecieron el desempeño del carbón activado, incrementando la cantidad de fluoruro retenida en equilibrio.

Las capacidades de adsorción de los materiales a 30 mg L^{-1} fueron: 1.78, 2.27 y 2.48 mg g^{-1} para CA, CA + Ce y CA + Mel, respectivamente.

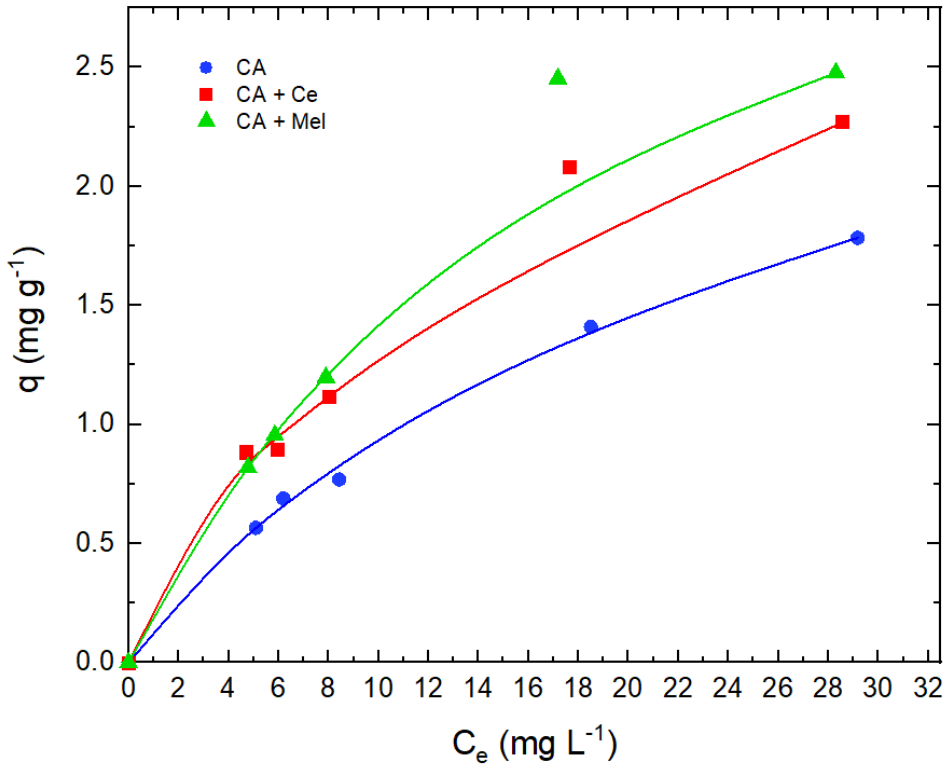


Figura 3.3 Isotermas de adsorción de fluoruro sobre los carbones activados a pH = 7 y T = 25 °C

En las pruebas de equilibrio de adsorción, a un pH ácido CA + Ce es superior en capacidad de adsorción en comparación con CA + Mel, sin embargo, a pH 7 presentan

capacidades de adsorción muy similares cuando fueron evaluados a una concentración inicial de fluoruro de 10 mg L^{-1}, no obstante, como se muestra en las isotermas de adsorción, al aumentar la concentración de fluoruro y a un pH neutro, es CA + Mel quien alcanza una mayor capacidad de remoción.

Estos resultados sugieren que el efecto de los agentes modificantes depende no solo de las características superficiales del material, sino también de las condiciones del medio, particularmente del pH y de la concentración de fluoruro. Asimismo, podrían indicar que ambos modificantes favorecen el proceso de adsorción de manera distinta.

3.3.2 Caracterización de los materiales

3.3.2.1 Fisisorción con nitrógeno

Los carbones activados se sometieron a una prueba de fisisorción de nitrógeno para evaluar sus propiedades de textura, así como las del material precursor, y los resultados se presentan en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4 Propiedades de textura de los carbones activados

Material	Área específica (m^2 g^{-1})	Diámetro promedio de los poros (nm)	Volumen de los poros (cm^3 g^{-1})
PL	1.5	18.5	0.007
CA	667	2.75	0.450
CA + Ce	590	2.80	0.413
CA + Mel	630	2.75	0.432

Todos los valores de área específica para los carbones activados se encuentran por arriba de los 590 m^2 g^{-1}, siendo el más bajo CA + Ce, seguido de CA + Mel con un

área de 630 $m^2 g^{-1}$, y el que presentó un mayor grado de porosidad fue el carbón activado sin modificar, con un área específica de 667 $m^2 g^{-1}$. Estos valores demuestran que la activación del carbón fue realizada con éxito, al ser considerablemente mayores que el área de su precursor. En la literatura se han reportado valores de área específica desde 400 hasta 1200 $m^2 g^{-1}$ para carbones activados con KOH y otros agentes hechos a base de lirio acuático (Orero et al., 2025; Salman et al., 2021)

De acuerdo con la clasificación de IUPAC, los tres carbones activados entran en la categoría de mesoporosos por tener un diámetro promedio de poros entre 2 y 50 nm, sin embargo, el promedio se aproxima bastante a un material microporoso con diámetros promedio de 2.75, 2.80 y 2.75 nm, respectivamente, para cada material.

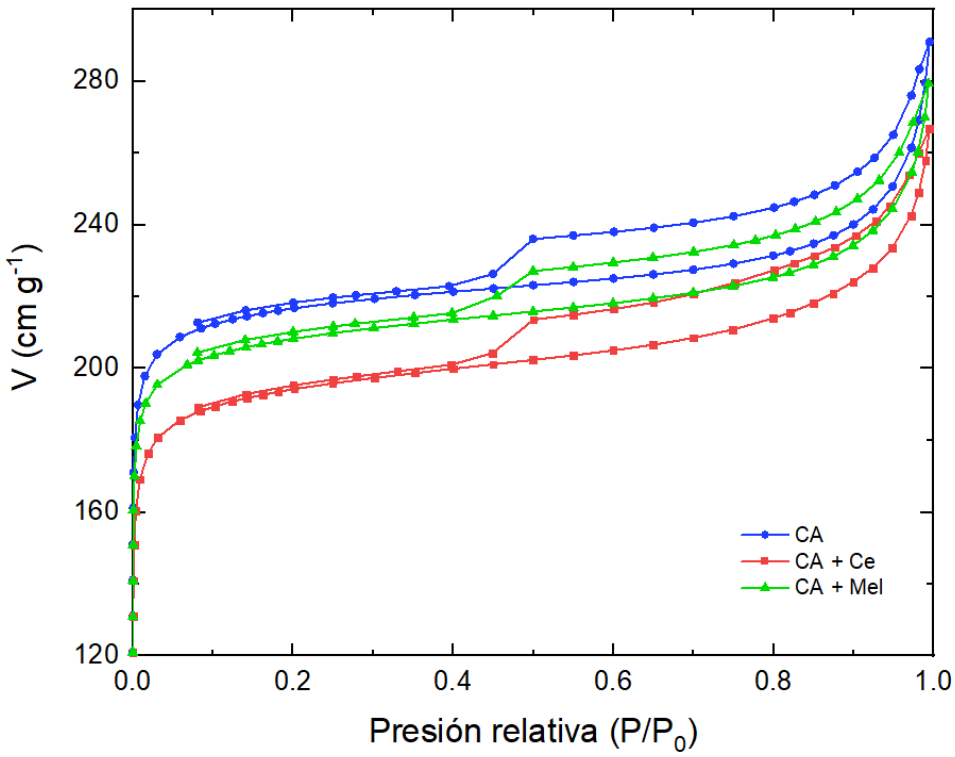


Figura 3.4 Isoterma de adsorción - desorción sobre carbones activados

En la Figura 3.4 se muestran las isotermas de adsorción de N_2 sobre los carbones activados. De acuerdo con la clasificación de isotermas de fisisorción IUPAC, las tres isotermas se asimilan a un comportamiento de tipo II y un lazo de histéresis de tipo H4 encontrado en materiales meso-microporosos, especialmente en carbones activados.

Se observa que el carbón activado sin modificar es el que presenta mayor área específica, esto se puede atribuir a que, posterior a la modificación, los agentes químicos pueden bloquear una fracción de los poros.

La distribución del tamaño de poro de los carbones activados se muestra en la Figura 3.5. Este gráfico nos confirma que los tres materiales se encuentran dentro de la categoría de mesoporosos.

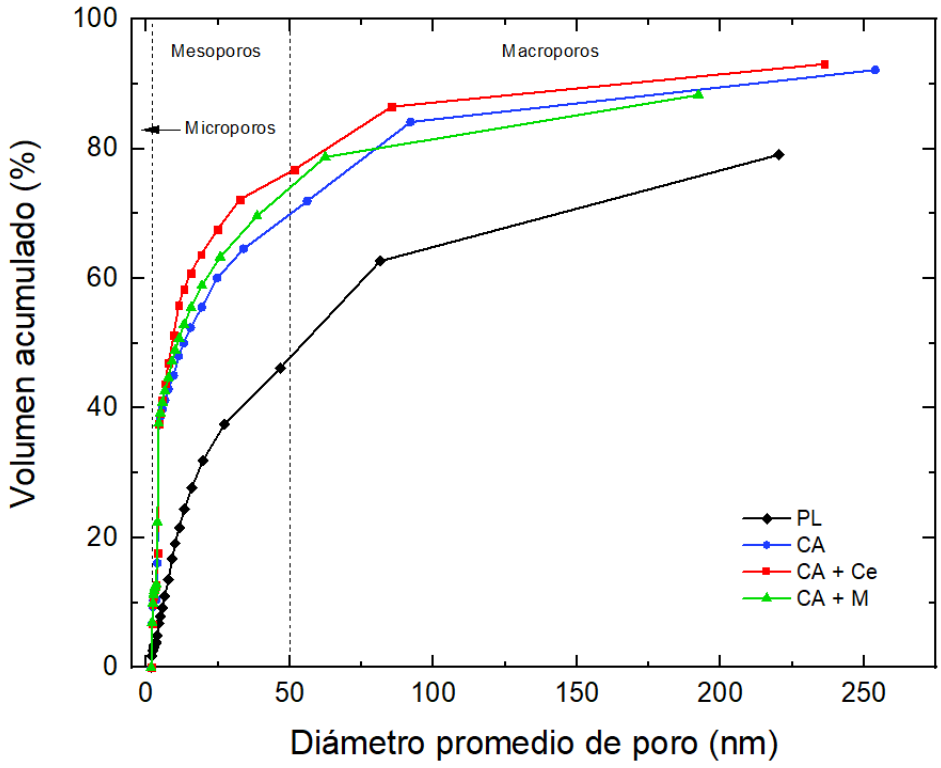


Figura 3.5 Distribución de volumen total acumulado de poros

Para CA el 65.20 % de sus poros son mesoporos, para CA + Ce el 79.79 % y para CA + Mel el 71.76 %, mientras que los microporos representan el 6.77 %, 6.72 y 6.97 %, respectivamente y el resto pertenece a la categoría de los macroporos.

3.3.2.2 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

En la Figura 3.6 se presentan los espectros FTIR del carbón activado (CA), el carbón activado modificado con cerio (CA + Ce) y el mismo material después de las pruebas de adsorción de fluoruro (CA + Ce (F^-)). En general, los tres materiales presentan bandas en regiones similares; sin embargo, se observan cambios en la intensidad de algunas de ellas después de la modificación con cerio y posterior a la adsorción.

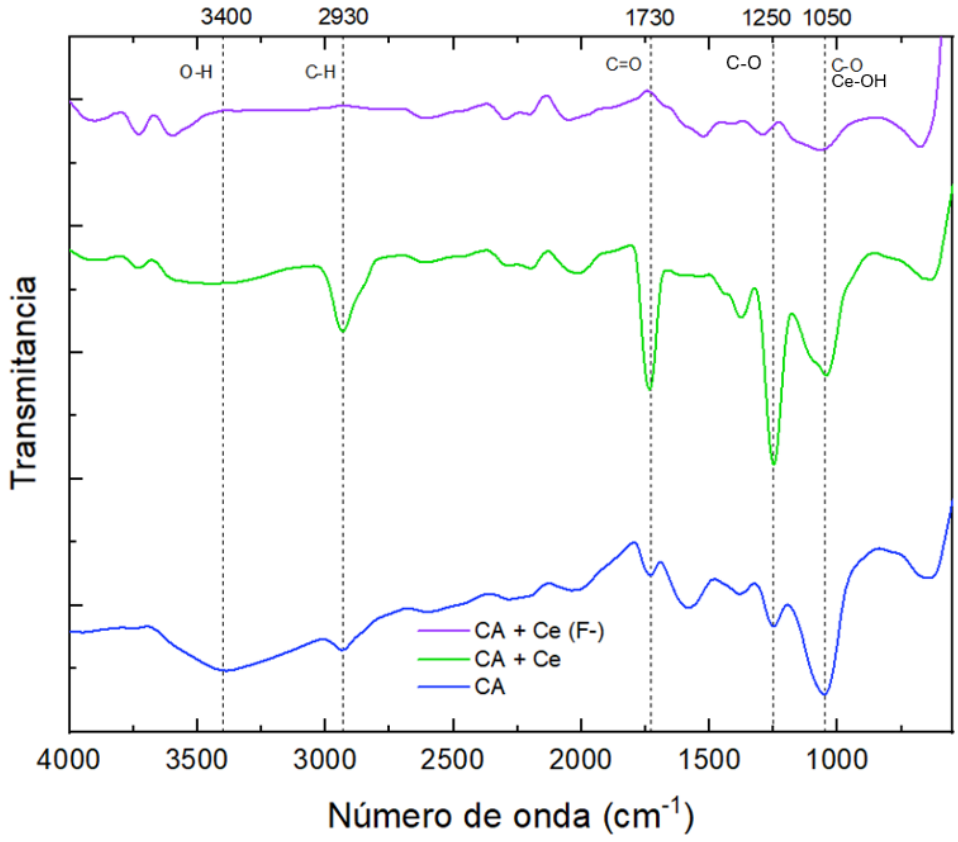


Figura 3.6 Espectro infrarrojo de CA, CA + Ce y CA + Ce (F^-)

En la Tabla 3.5 se muestran las bandas de vibración presentes en los espectros y los grupos funcionales característicos asociados a cada una de ellas de acuerdo con lo reportado en la bibliografía.

Tabla 3.5 Frecuencias características de longitud de onda de los espectros infrarrojos de CA, CA + Ce y CA + Ce (F^-).

Grupo funcional	Banda de vibración (cm^{-1})	Referencia
O-H	3400	(Merodio-Morales et al., 2020; Miller & Coates, 2025; Sawana et al., 2017)
C-H	2930	(Merodio-Morales et al., 2020)
C=O	1730	(El-Wakil et al., 2022; Socrates, 2002)
C-O	1250	(El-Wakil et al., 2022; Pei et al., 2024; Socrates, 2002; Stuart, 2004)
C-O	1050	(Merodio-Morales et al., 2020)
Ce-OH	1050	(Filippova et al., 2023)

En el espectro del carbón activado sin modificar (CA) se observa una banda ancha y de baja intensidad alrededor de 3400 cm^{-1}, asociada a vibraciones de grupos hidroxilo (O–H), así como una banda cercana a 2930 cm^{-1} correspondiente a vibraciones de enlaces C–H asociados a residuales de la estructura carbonosa. También se identifican señales alrededor de 1730 cm^{-1}, relacionadas con grupos carbonilo superficiales (C=O), así como bandas alrededor de 1250 y 1050 cm^{-1} atribuidas principalmente a vibraciones de enlaces C–O presentes en la superficie del material.

Tras la modificación con cerio, se observan cambios importantes en la intensidad de las bandas alrededor de 1730, 1250 y 1050 cm^{-1}. Estos cambios pueden relacionarse con la incorporación de especies de cerio y con la modificación de la química superficial del carbón activado durante el proceso de impregnación y tratamiento térmico. La banda

alrededor de 1050 cm^{-1}, además de la contribución de los enlaces C–O propios del carbón activado, podría presentar una contribución de un enlace Ce-OH, de acuerdo con lo propuesto en el capítulo anterior.

Después de las pruebas de adsorción de fluoruro, se observa una disminución significativa en la intensidad bandas respecto al material previo a la adsorción. Estos cambios sugieren una modificación del entorno químico de los grupos funcionales superficiales, lo cual es consistente con la interacción del fluoruro con los sitios activos del material durante el proceso de adsorción.

En la Figura 3.7 se muestran los espectros FTIR del carbón activado modificado con melamina (CA + Mel) antes y después de las pruebas de adsorción de fluoruro, comparados con el carbón activado sin modificar. Las bandas características identificadas corresponden a las mismas regiones descritas para el carbón activado y descritas en la Tabla 3.5.

Tras la modificación con melamina se observa un incremento en la intensidad de las bandas correspondientes a las regiones de O–H, C–H, C=O, C–N y C–O. Estos cambios son consistentes con lo observado en el capítulo anterior y pueden relacionarse con la incorporación y transformación térmica de especies derivadas de la melamina sobre la superficie del carbón activado. En particular, la presencia de la banda asociada a C–N es consistente con la incorporación de especies nitrogenadas provenientes del modificante, mientras que las variaciones observadas en las bandas de O–H, C–H, C=O y C–O pueden estar relacionadas con cambios en el entorno químico de la superficie durante el proceso de modificación.

Después de las pruebas de adsorción de fluoruro, la intensidad de todas las bandas disminuye respecto al material antes de la adsorción. Estos cambios sugieren una modificación del entorno químico de dichos grupos funcionales.

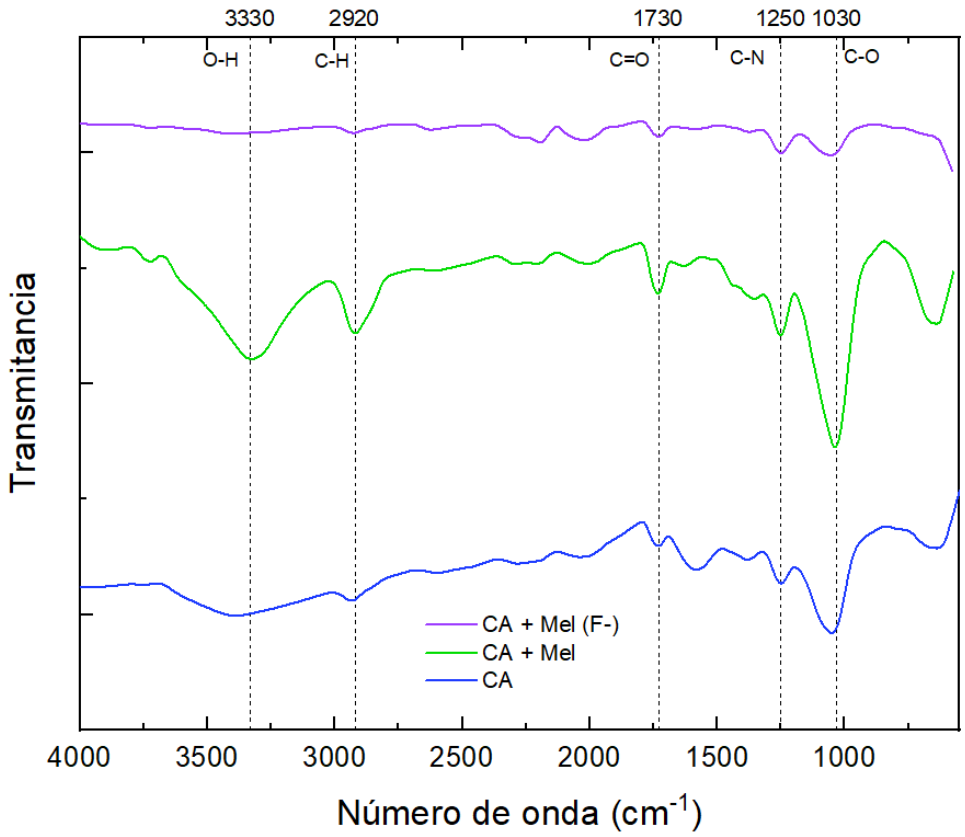


Figura 3.7 Espectro infrarrojo de CA, CA + Mel y CA + Mel (F^-)

3.3.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopía de Energía Dispersiva (SEM-EDS)

La microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés) es una técnica de caracterización que permite observar de manera detallada y a distintas amplificaciones la morfología y textura de los carbones activados. Además, para los materiales modificados, permite observar la forma en la que los agentes se encuentran depositados sobre la superficie del material.

La Figura 3.8 presenta las micrografías del carbón activado. A baja magnificación (250×) se observa que el material conserva parcialmente la estructura fibrosa característica del lirio acuático. A mayor magnificación (2500×), se muestra con mayor claridad el desarrollo de cavidades y poros sobre la superficie del carbón activado, resultado del proceso de activación química. Esta estructura porosa coincide con los resultados de fisisorción con nitrógeno (Tabla 3.4), donde el carbón activado presentó un aumento significativo de porosidad respecto al lirio pirolizado y una disminución del diámetro promedio de poro.

Las imágenes obtenidas con electrones retrodispersados no muestran zonas con alto contraste, lo cual es consistente con la composición relativamente homogénea del carbón activado antes de la incorporación de agentes modificantes.

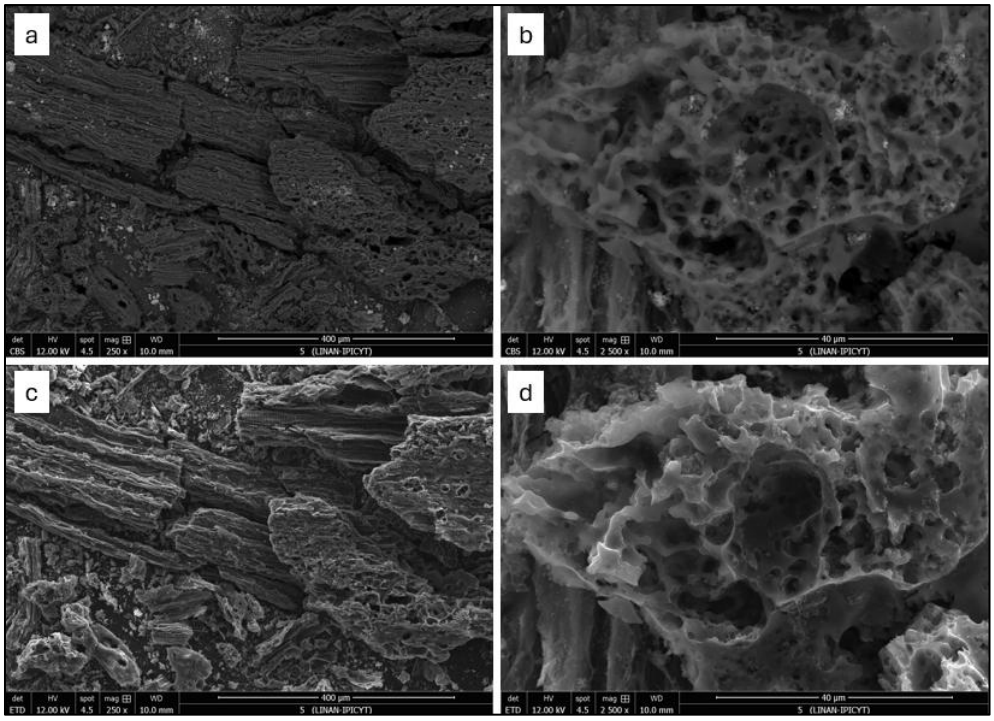
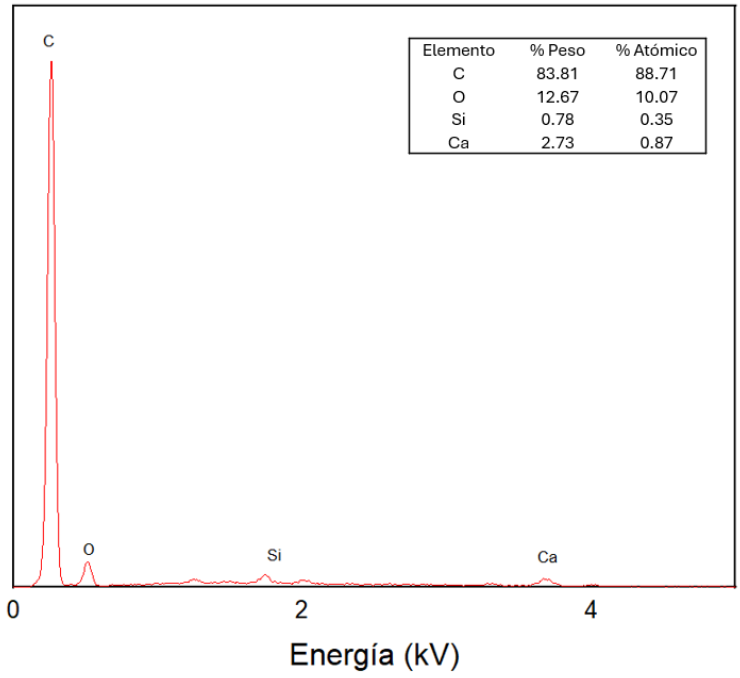


Figura 3.8 Micrografías de CA con detector de electrones retrodispersados a 250x (a) y 2500x (b) y electrones secundarios a 250x (c) y 2500x (d).



Elemento	% Peso	% Atómico
C	83.81	88.71
O	12.67	10.07
Si	0.78	0.35
Ca	2.73	0.87

Figura 3.9 Espectro EDS de la superficie de CA.

El espectro EDS del carbón activado en la Figura 3.9 muestra un predominio del carbono, acompañado por pequeñas cantidades de oxígeno y trazas de silicio y calcio, elementos comúnmente presentes en materiales lignocelulósicos.

En la Figura 3.10 se presentan las micrografías SEM del carbón activado modificado con cerio. A diferencia del carbón activado sin modificar, en las imágenes obtenidas con detector de electrones retrodispersados (Figuras 3.10a y 3.10b) se observan zonas de mayor contraste, lo que sugiere la presencia de especies con un mayor número atómico.

Las imágenes obtenidas con electrones secundarios (Figuras 3.10c y 3.10d) muestran que el carbón activado conserva la estructura porosa desarrollada durante el proceso de activación. Además, a mayor magnificación se distinguen estructuras laminares distribuidas sobre la superficie del material, las cuales podrían corresponder a especies formadas durante la modificación con cerio.

En la Figura 3.10d se indican algunos de los diámetros de poro medidos directamente sobre las micrografías. Los valores obtenidos corresponden a poros clasificados como macroporos de acuerdo con la clasificación de la IUPAC. Cabe señalar que la microscopía electrónica permite observar principalmente los poros de mayor tamaño presentes en la superficie, mientras que la mayor parte de la porosidad desarrollada durante la activación corresponde a micro y mesoporos, cuya presencia fue determinada mediante los análisis de fisisorción con nitrógeno.

El espectro EDS del CA + Ce (Figura 3.11) confirma la incorporación de cerio sobre la superficie del carbón activado después del proceso de modificación. Además, se

observa un predominio de carbono y oxígeno, acompañado por pequeñas cantidades de silicio, fósforo y calcio.

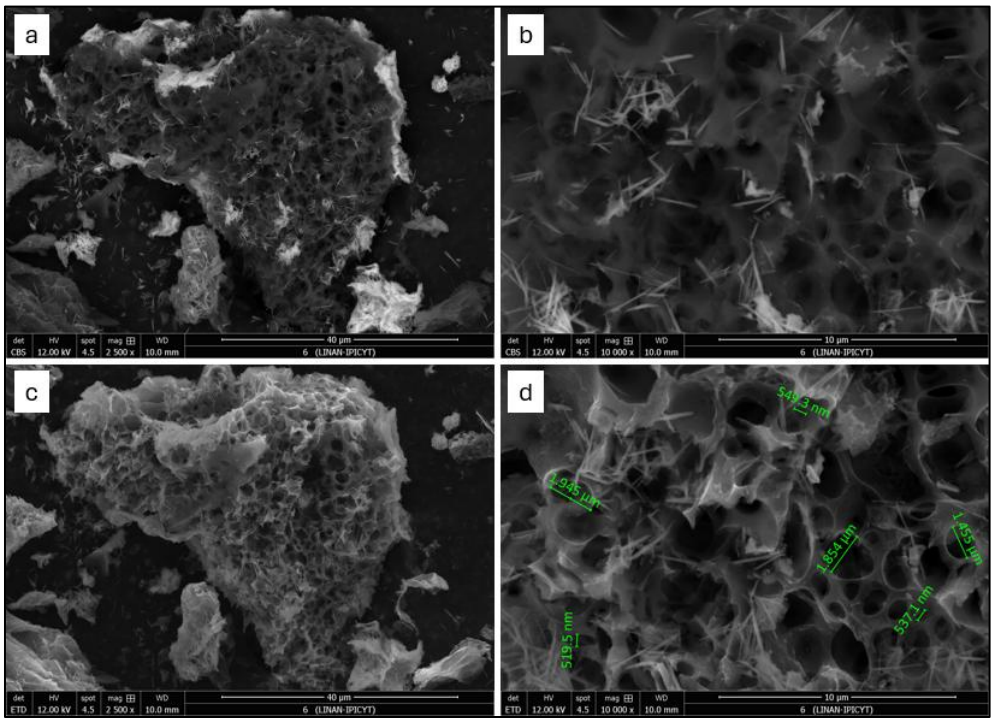
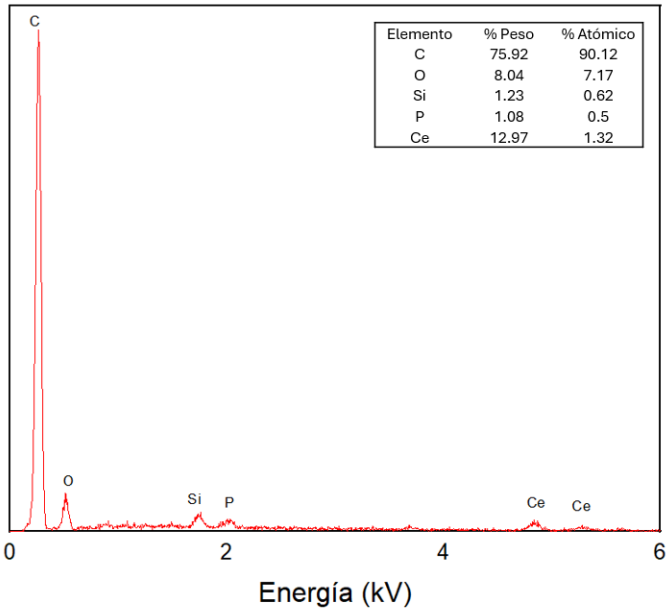


Figura 3.10 Micrografías de CA + Ce con detector de electrones retrodispersados a 2500x (a) y 10000x (b) y electrones secundarios a 2500x (c) y 10000x (d).



Elemento	% Peso	% Atómico
C	75.92	90.12
O	8.04	7.17
Si	1.23	0.62
P	1.08	0.5
Ce	12.97	1.32

Figura 3.11 Espectro EDS de CA + Ce

En la Figura 3.12 se presentan las micrografías SEM del carbón activado modificado con melamina (CA + Mel). A diferencia del material modificado con cerio, en las imágenes obtenidas con detector de electrones retrodispersados no se observan zonas con contrastes marcados, lo cual es consistente con la naturaleza de la melamina, compuesta por elementos de bajo número atómico.

Las imágenes obtenidas con electrones secundarios muestran que el carbón activado conserva la morfología porosa desarrollada durante la activación química. Asimismo, se observa un recubrimiento más uniforme sobre la superficie y las paredes de algunos poros, además de pequeños agregados distribuidos sobre el material, los cuales podrían estar relacionados con la modificación con melamina.

A pesar de la modificación, la estructura porosa permanece visible y los poros conservan una apariencia abierta, lo que sugiere que el proceso de modificación no ocasionó un bloqueo importante de la porosidad desarrollada durante la activación. Este comportamiento es consistente con los resultados de fisisorción, donde el material modificado con melamina mantuvo un área específica de 629.65 $m^2\ g^{-1}$, ligeramente menor que la del carbón activado sin modificar.

El análisis EDS del material modificado con melamina muestra un predominio del carbono, acompañado por pequeñas cantidades de oxígeno y nitrógeno. La detección de nitrógeno confirma la incorporación de este elemento al carbón activado como resultado del proceso de modificación, en concordancia con los cambios observados mediante FTIR.

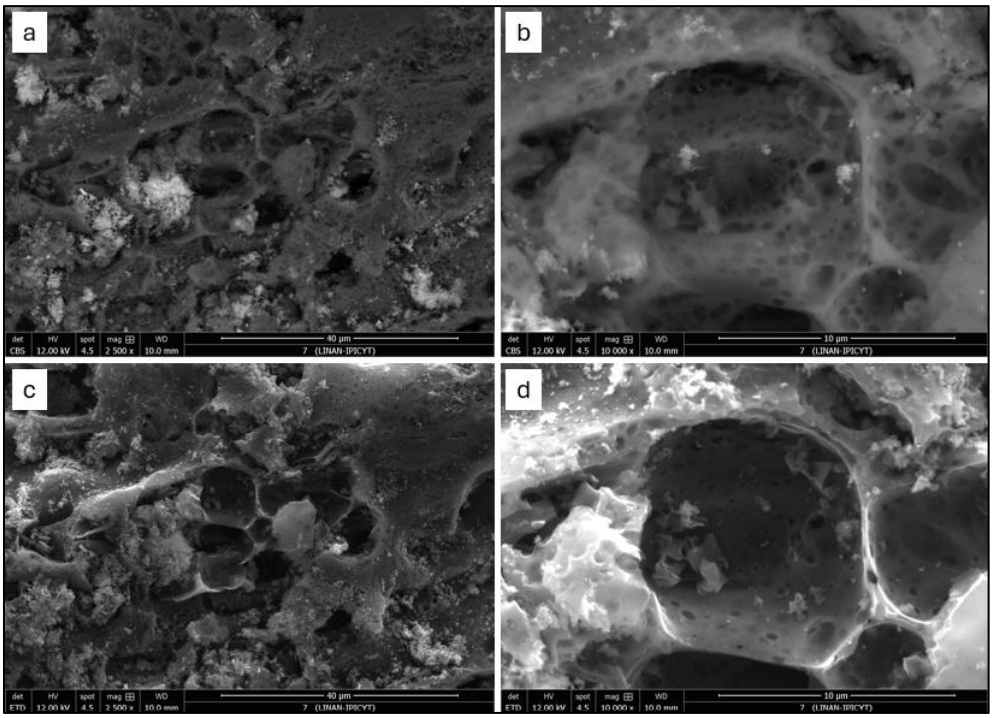


Figura 3.12 Micrografías de CA + Mel con detector de electrones retrodispersados a 2500x (a) y 10000x (b) y electrones secundarios a 2500x (c) y 10000x (d).

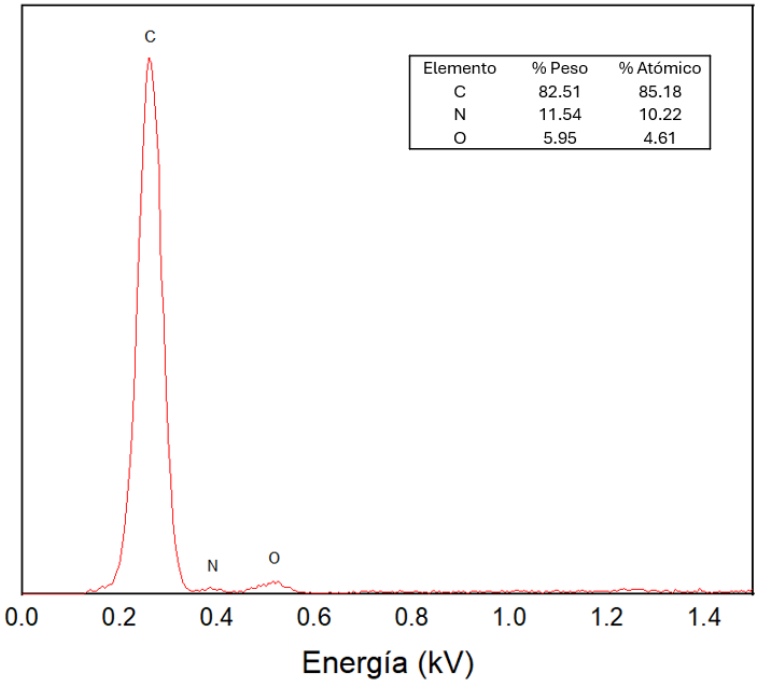


Figura 3.13 Espectro EDS de CA + Mel.

3.3.3 Mecanismo de adsorción

Con base en los resultados obtenidos en las pruebas de adsorción y en las caracterizaciones, es posible proponer los mecanismos involucrados en la remoción de fluoruro sobre los materiales.

Los resultados obtenidos en el capítulo anterior permiten interpretar el comportamiento de los carbones activados sintetizados a partir de lirio acuático como una combinación de propiedades texturales y sitios químicos superficiales. En este caso, la activación química con KOH produjo una modificación considerablemente mayor de la estructura porosa respecto al lirio pirolizado.

El efecto del pH observado en los tres carbones activados fue consistente con el comportamiento identificado en el capítulo anterior. A pH 5, las capacidades de CA, CA + Ce y CA + Mel fueron de 1.26, 3.27 y 1.86 mg g^{-1}, respectivamente, mientras que a pH 9 disminuyeron hasta 0.22, 0.39 y 0.22 mg g^{-1}. Por lo tanto, en los tres materiales la protonación de los grupos superficiales en medio ácido favorece la interacción con F^-, mientras que a valores elevados de pH disminuye la carga positiva superficial y aumenta la competencia de OH^-.

La activación con KOH representa una diferencia respecto al PL empleado en el capítulo anterior. El PL sin modificación presentó un área específica de apenas 1.5 m^2 g^{-1}, mientras que el CA sin modificación alcanzó 667 m^2 g^{-1}. Después de las modificaciones, CA + Ce y CA + Mel conservaron áreas de 590 y 630 m^2 g^{-1}, respectivamente. Esto demuestra que las modificaciones posteriores no destruyeron u obstruyeron de manera importante la estructura porosa desarrollada. La presencia de una red predominantemente micro/mesoporosa facilita la difusión del fluoruro.

En el CA sin modificar, la remoción puede atribuirse principalmente a la interacción del F^- con grupos funcionales oxigenados y sitios superficiales protonados, además de su acceso a la estructura porosa. Las bandas observadas mediante FTIR alrededor de 3400, 1730, 1250 y 1050 cm^{-1} son compatibles con grupos O–H y diferentes especies oxigenadas superficiales, por lo que no debe asumirse que el incremento de capacidad derivado de la activación se debe exclusivamente a un mecanismo químico específico. En este material, el aumento de área superficial y de volumen de poro constituye una diferencia fundamental respecto al PL.

Para CA + Ce, la capacidad de adsorción alcanzó 3.27 mg g^{-1} a pH 5, siendo el mayor valor obtenido en este capítulo. El FTIR mostró modificaciones de las bandas asociadas con los grupos superficiales después de la incorporación de cerio y después de la exposición al fluoruro, mientras que SEM-EDS confirmó la presencia del elemento sobre el carbón activado. En consecuencia, se propone nuevamente la participación de especies de Ce–OH capaces de intercambiar grupos hidroxilo por fluoruro (Merodio-Morales et al., 2020):

$$\equiv Ce - OH + F^- \rightarrow \equiv Ce - F + OH^-$$

Junto con la protonación de estos sitios en medio ácido (Guo et al., 2025):

$$\equiv Ce - OH + H^+ \rightleftharpoons \equiv Ce - OH_2^+$$

En el caso de CA + Mel, la capacidad de 1.86 mg g^{-1} a pH 5 fue superior a la del CA sin modificar, mientras que el área específica permaneció cercana a la del carbón original. Esto indica que la incorporación de melamina no eliminó de manera significativa la estructura porosa y que el incremento de capacidad puede relacionarse con la

incorporación de especies nitrogenadas. En medio ácido, los grupos nitrogenados pueden protonarse:

$$\equiv N + H^+ \rightleftharpoons \equiv NH^+$$

favoreciendo posteriormente:

$$\equiv NH^+ + F^- \rightarrow \equiv NH^+ \cdots F^-$$

Asimismo, considerando los antecedentes disponibles para materiales derivados de melamina, puede existir una contribución de interacciones específicas entre F^- y grupos C–N.

La diferencia entre CA + Ce y CA + Mel también permite observar que el área superficial no es el único factor que determina la adsorción. Aunque CA + Mel posee 630 $m^2\ g^{-1}$ y CA + Ce 590 $m^2\ g^{-1}$, el material con cerio presentó una capacidad considerablemente mayor a pH 5 (3.27 frente a 1.86 mg g^{-1}). Esto indica que la afinidad química de las especies superficiales hacia F^- puede ser más importante que una diferencia relativamente pequeña en el área específica.

En conjunto, se propone que la adsorción de fluoruro sobre los carbones activados está gobernada por un mecanismo combinado. La activación con KOH proporciona una porosidad desarrollada que facilita el transporte y la accesibilidad del adsorbato, mientras que las modificaciones introducen sitios químicos con mayor afinidad hacia F^-. En CA + Ce predominan el intercambio de ligandos entre grupos Ce–OH y F^-, junto con interacciones electrostáticas favorecidas por la protonación a pH ácido. En CA + Mel, la contribución principal se relaciona con la protonación de especies nitrogenadas y la atracción electrostática, con una posible participación adicional de grupos C–N. Los

cambios observados mediante FTIR y SEM-EDS después de la adsorción son consistentes con la participación de estos grupos y elementos, aunque, al igual que en el capítulo anterior, la confirmación de enlaces o complejos específicos requeriría técnicas adicionales.

3.4 Conclusiones

En este estudio se sintetizaron carbones activados a partir de lirio acuático mediante activación química con KOH y posteriormente se modificaron con cerio y melamina con el propósito de evaluar su capacidad para remover fluoruro en solución acuosa. Los resultados demostraron que la activación química incrementó considerablemente el desempeño del material respecto al lirio pirolizado, evidenciando la importancia del desarrollo de la estructura porosa y del aumento del área específica para favorecer el proceso de adsorción.

Las pruebas de equilibrio de adsorción confirmaron nuevamente que el pH es un factor determinante en la remoción de fluoruro, observándose una mayor capacidad de adsorción en condiciones ácidas para los tres materiales evaluados. Asimismo, las modificaciones con cerio y melamina incrementaron la capacidad de adsorción respecto al carbón activado sin modificar.

Las caracterizaciones fisicoquímicas permitieron relacionar las propiedades de los materiales con su comportamiento como adsorbentes. La fisisorción con nitrógeno confirmó el desarrollo de una estructura altamente porosa después de la activación química, mientras que el FTIR y el análisis SEM-EDS corroboraron la incorporación de los agentes modificantes sobre la superficie del carbón activado. Además, las

observaciones por microscopía mostraron que las modificaciones conservaron la estructura porosa desarrollada durante la activación.

Finalmente, los resultados obtenidos permiten concluir que el lirio acuático constituye una materia prima con potencial para la obtención de carbones activados para la remoción de fluoruro. La combinación de la activación química con modificaciones superficiales permitió obtener materiales con mejores propiedades adsorbentes, abriendo la posibilidad de continuar optimizando las condiciones de síntesis y modificación para desarrollar adsorbentes más eficientes y contribuir al aprovechamiento de esta especie invasora dentro de un esquema de valorización de biomasa y economía circular.

CONCLUSIONES

El presente trabajo permitió demostrar que el lirio acuático (*Eichhornia crassipes*) constituye una materia prima con potencial para la síntesis de adsorbentes destinados a la remoción de fluoruro en solución acuosa. A través de diferentes tratamientos físicos y químicos fue posible modificar sus propiedades superficiales y mejorar su capacidad de adsorción, mientras se revaloriza una especie invasora para la obtención de materiales de interés ambiental.

En una primera etapa se evaluó el lirio acuático como precursor de bioadsorbentes mediante procesos de pirólisis y modificaciones químicas. Los resultados mostraron que esto incrementó la capacidad de adsorción respecto a los materiales sin modificar. Posteriormente, la síntesis de carbón activado mediante activación química con KOH permitió desarrollar materiales con un área específica considerablemente mayor que la del lirio pirolizado.

En la Tabla 0.1 se comparan las capacidades de adsorción y el área específica de los principales materiales sintetizados. En general, el aumento del área específica asociado con la activación química contribuyó al incremento de la capacidad de adsorción; sin embargo, la comparación entre los materiales muestra que el área superficial no explica por sí sola el comportamiento observado. Por ejemplo, el PL presentó una mayor capacidad que el lirio a pesar de tener menor área, mientras que CA + Ce y CA + Mel presentaron áreas similares, pero capacidades considerablemente diferentes. Estos resultados sugieren que, además de las características texturales, la química superficial y la modificación del material tienen una mayor influencia en la adsorción de fluoruro.

Tabla 0.1 Comparación de principales adsorbentes

	Material	Capacidad de adsorción (mg/g)		Área específica
		pH 5	pH 7	S (m^2 g^{-1})
1	Lirio	0.44	0.16	3.4
2	Pirolizado Lirio	0.88	0.28	1.5
9	PL + Ce 0.025 M 600	2.34	0.96	39
15	PL+ M 1.5:1 800	2.78	1.08	135
17	CA KOH	1.26	0.69	667
18	CA + Ce	3.27	0.95	590
19	CA + Mel	1.86	0.88	630

Si bien aún es posible optimizar las condiciones de síntesis y profundizar en la comprensión de los mecanismos de adsorción, los resultados obtenidos constituyen una base para el desarrollo de adsorbentes sustentables obtenidos a partir de lirio acuático y abren la posibilidad de continuar investigando tanto nuevas condiciones de modificación como su aplicación en sistemas de tratamiento de agua con presencia de fluoruro.

Además de los resultados obtenidos en materia de adsorción, este trabajo contribuye al aprovechamiento de una biomasa invasora mediante su transformación en materiales de valor agregado, promoviendo estrategias de economía circular y ofreciendo una alternativa sustentable para el desarrollo de tecnologías de tratamiento de agua.

REFERENCIAS

Ahmad, S., Singh, R., Arfin, T., & Neeti, K. (2022a). Fluoride contamination, consequences and removal techniques in water: a review. *Environmental Science: Advances*, *1*(5), 620–661. https://doi.org/10.1039/D1VA00039J

Ahmad, S., Singh, R., Arfin, T., & Neeti, K. (2022b). Fluoride contamination, consequences and removal techniques in water: a review. *Environmental Science: Advances*, *1*(5), 620–661. https://doi.org/10.1039/D1VA00039J

Alarcón-Herrera, M. T., Martin-Alarcon, D. A., Gutiérrez, M., Reynoso-Cuevas, L., Martín-Domínguez, A., Olmos-Márquez, M. A., & Bundschuh, J. (2020). Co-occurrence, possible origin, and health-risk assessment of arsenic and fluoride in drinking water sources in Mexico: Geographical data visualization. *Science of the Total Environment*, *698*. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.134168

Albeladi, N., & Mokaya, R. (2024). Modulating the porosity of N-doped carbon materials for enhanced CO_2 capture and methane uptake. *Journal of Materials Chemistry A*, *12*(32), 21025–21040. https://doi.org/10.1039/D4TA03273J

Arab, N., Derakhshani, R., & Sayadi, M. H. (2024). Approaches for the Efficient Removal of Fluoride from Groundwater: A Comprehensive Review. *Toxics*, *12*(5), 306. https://doi.org/10.3390/toxics12050306

Audebrand, N., Guillou, N., Auffrédic, J. P., & Louër, D. (1996). The thermal behaviour of ceric ammonium nitrate studied by temperature-dependent X-ray powder diffraction. *Thermochimica Acta*, *286*(1), 83–87. https://doi.org/10.1016/0040-6031(96)02944-9

Baghdadi, Y. N., Sinno, J., Bouhadir, K., Harb, M., Mustapha, S., Patra, D., & Tehrani-Bagha, A. R. (2021). The mechanical and thermal properties of graphitic carbon nitride-based epoxy composites. *Journal of Applied Polymer Science*, *138*(45). https://doi.org/10.1002/app.51324

Bakhta, S., Sadaoui, Z., Bouazizi, N., Samir, B., Allalou, O., Devouge-Boyer, C., Mignot, M., & Vieillard, J. (2022). Functional activated carbon: from synthesis to groundwater fluoride removal. *RSC Advances*, *12*(4), 2332–2348. https://doi.org/10.1039/D1RA08209D

Banu, H. T., & Meenakshi, S. (2017). Synthesis of a novel quaternized form of melamine–formaldehyde resin for the removal of nitrate from water. *Journal of Water Process Engineering*, *16*, 81–89. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2016.12.003

Baqer, A. A., Matori, K. A., Al-Hada, N. M., Shaari, A. H., Kamari, H. M., Saion, E., Chyi, J. L. Y., & Abdullah, C. A. C. (2018). Synthesis and characterization of binary (CuO)0.6(CeO2)0.4 nanoparticles via a simple heat treatment method. *Results in Physics*, *9*, 471–478. https://doi.org/10.1016/j.rinp.2018.02.079

Ben Bakrim, W., Ezzariai, A., Karouach, F., Sobeh, M., Kibret, M., Hafidi, M., Kouisni, L., & Yasri, A. (2022). Eichhornia crassipes (Mart.) Solms: A Comprehensive Review of Its Chemical Composition, Traditional Use, and Value-Added Products. *Frontiers in Pharmacology*, *13*. https://doi.org/10.3389/fphar.2022.842511

Bhomick, P. C., Supong, A., Karmaker, R., Baruah, M., Pongener, C., & Sinha, D. (2019). Activated carbon synthesized from biomass material using single-step KOH activation for adsorption of fluoride: Experimental and theoretical investigation.

Korean Journal of Chemical Engineering, *36*(4), 551–562. https://doi.org/10.1007/s11814-019-0234-x

Brethauer, S., Shahab, R. L., & Studer, M. H. (2020). Impacts of biofilms on the conversion of cellulose. *Applied Microbiology and Biotechnology*, *104*(12), 5201–5212. https://doi.org/10.1007/s00253-020-10595-y

Briceño-Polo, A. (2019). *Contaminación Geogénica de las Aguas Subterráneas en España* [Universidad de Alcalá]. https://ebuah.uah.es/dspace/handle/10017/45288

Buzalaf, M. A., & Whitford, G. (2011). Fluoride Metabolism. *Monogr Oral Sci. Basel, Karger*, *22*, 20–36.

Cardona, A., Banning, A., Carrillo-Rivera, J. J., Aguillón-Robles, A., Rüde, T. R., & de Alba, J. A. (2018). Natural controls validation for handling elevated fluoride concentrations in extraction activated tóthian groundwater flow systems: San Luis Potosí, Mexico. *Environmental Earth Sciences*, *77*(4). https://doi.org/10.1007/s12665-018-7273-1

Chaïrat, C., Schott, J., Oelkers, E. H., Lartigue, J.-E., & Harouiya, N. (2007). Kinetics and mechanism of natural fluorapatite dissolution at 25°C and pH from 3 to 12. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, *71*(24), 5901–5912. https://doi.org/10.1016/j.gca.2007.08.031

Chen, W., Fang, Y., Li, K., Chen, Z., Xia, M., Gong, M., Chen, Y., Yang, H., Tu, X., & Chen, H. (2020). Bamboo wastes catalytic pyrolysis with N-doped biochar catalyst for phenols products. *Applied Energy*, *260*, 114242. https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2019.114242

Chun, S.-E., & Whitacre, J. F. (2017). Formation of micro/mesopores during chemical activation in tailor-made nongraphitic carbons. *Microporous and Mesoporous Materials*, *251*, 34–41. https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2017.05.038

Comisión Nacional del Agua. (2024). *Estadísticas de Agua en México 2023*. https://sinav30.conagua.gob.mx:8080/Descargas/pdf/EAM2023_f.pdf

Comité de Planeación de Desarrollo Estatal. (2022, abril 18). *Plan Estatal de Desarrollo* . https://ped.slp.gob.mx/diagnostico3.5.html

CONABIO. (2015). *Método de Evaluación Rápida de Invasividad (MERI) para especies exóticas en México*. https://www.biodiversidad.gob.mx/media/1/especies/Invasoras/files/Instrutivo_MERI_2020.pdf

Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos, Legislation Artículo 4 (1917). https://www.diputados.gob.mx/LeyesBiblio/pdf_mov/Constitucion_Politica.pdf

Cortazar, M., Santamaria, L., Lopez, G., Alvarez, J., Zhang, L., Wang, R., Bi, X., & Olazar, M. (2023). A comprehensive review of primary strategies for tar removal in biomass gasification. *Energy Conversion and Management*, *276*, 116496. https://doi.org/10.1016/j.enconman.2022.116496

de Lima, A. C. A., Nascimento, R. F., de Sousa, F. F., Filho, J. M., & Oliveira, A. C. (2012). Modified coconut shell fibers: A green and economical sorbent for the removal of anions from aqueous solutions. *Chemical Engineering Journal*, *185–186*, 274–284. https://doi.org/10.1016/j.cej.2012.01.037

de Quadros Melo, D., de Oliveira Sousa Neto, V., de Freitas Barros, F. C., Raulino, G. S. C., Vidal, C. B., & do Nascimento, R. F. (2016). Chemical modifications of lignocellulosic materials and their application for removal of cations and anions from aqueous solutions. *Journal of Applied Polymer Science*, *133*(15). https://doi.org/10.1002/app.43286

Del Razo, L. M., Ledón, J. M., Velasco, M. N., Armienta, Ma. A., Alfaro, Ma. C., Alarcón-Herrera, Ma. T., & Martín-Domínguez, A. (2021). *Hacia el cumplimiento del Derecho Humano al Agua: I*.

Disa, E., Dubois, M., Guérin, K., Kharbache, H., Masin, F., & Hamwi, A. (2011). The effect of nanostructure on the thermal properties of fluorinated carbon nanofibres. *Carbon*, *49*(14), 4801–4811. https://doi.org/10.1016/j.carbon.2011.06.092

Du, H., Fang, L., Shi, X., Li, T., Sui, Z., Zhong, J., & Li, K. (2025). Efficient defluoridation of high-fluoride water using rare earth-based adsorbents: adsorption performance, mechanism, and kinetics. *Scientific Reports*, *15*(1), 42709. https://doi.org/10.1038/s41598-025-26780-w

El-Wakil, A. M., Waly, S. M., Abou El-Maaty, W. M., Waly, M. M., Yılmaz, M., & Awad, F. S. (2022). Triazine-Based Functionalized Activated Carbon Prepared from Water Hyacinth for the Removal of Hg+2, Pb+2, and Cd+2 Ions from Water. *ACS Omega*, *7*(7), 6058–6069. https://doi.org/10.1021/acsomega.1c06441

Filippova, A. D., Sozarukova, M. M., Baranchikov, A. E., Kottsov, S. Yu., Cherednichenko, K. A., & Ivanov, V. K. (2023). Peroxidase-like Activity of CeO2 Nanozymes: Particle

Size and Chemical Environment Matter. *Molecules*, *28*(9), 3811. https://doi.org/10.3390/molecules28093811

Flores-Rojas, A. I., Medellín-Castillo, N. A., Cisneros-Ontiveros, H. G., Acosta-Doporto, G. A., Cruz-Briano, S. A., Leyva-Ramos, R., Berber-Mendoza, M. S., Díaz-Flores, P. E., Ocampo-Pérez, R., & Labrada-Delgado, G. J. (2023). Detection and mapping of the seasonal distribution of water hyacinth (Eichhornia crassipes) and valorization as a biosorbent of Pb(II) in water. *Environmental Science and Pollution Research*. https://doi.org/10.1007/s11356-023-29780-3

GBIF.org. (2026). *Eichhornia crassipes (Mart.) Solms. Global Biodiversity Information Facility.* . https://doi.org/https://doi.org/10.15468/dl.nheh6b

General Carbon Corporation. (2026, enero 28). *Understanding mesh size and particle size of activated carbon.* General Carbon Corporation. https://generalcarbon.com/understanding-mesh-size-and-particle-size-of-activated-carbon/

Gobierno de México. (2021, mayo 9). *Cierra la llave, cuida el agua*. Procuraduría Federal del Consumidor. https://www.gob.mx/profeco/articulos/cierra-la-llave-cuida-el-agua?idiom=es

Grabska, J., Beć, K. B., Kirchler, C. G., Ozaki, Y., & Huck, C. W. (2019). Distinct Difference in Sensitivity of NIR vs. IR Bands of Melamine to Inter-Molecular Interactions with Impact on Analytical Spectroscopy Explained by Anharmonic Quantum Mechanical Study. *Molecules (Basel, Switzerland)*, *24*(7). https://doi.org/10.3390/molecules24071402

Guo, S., Zheng, F., Xu, J., Jiang, J., Cui, Z., Wu, C., Lin, Y., Sun, Q., Zheng, Y., & Sa, B. (2025). Enhanced fluoride removal from drinking water by activated carbon supported Ce–Al oxides: performance and mechanism. *RSC Advances*, *15*(18), 14363–14374. https://doi.org/10.1039/D5RA00397K

Gutiérrez, M., & Alarcón-Herrera, M. T. (2022). Fluoruro en aguas subterráneas de la región centro-norte de México y su posible origen. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, *38*, 389–397. https://doi.org/10.20937/RICA.54307

Habuda-Stanić, M., Ravančić, M., & Flanagan, A. (2014). A Review on Adsorption of Fluoride from Aqueous Solution. *Materials*, *7*(9), 6317–6366. https://doi.org/10.3390/ma7096317

Han, J., Kiss, L., Mei, H., Remete, A. M., Ponikvar-Svet, M., Sedgwick, D. M., Roman, R., Fustero, S., Moriwaki, H., & Soloshonok, V. A. (2021). Chemical Aspects of Human and Environmental Overload with Fluorine. *Chemical Reviews*, *121*(8), 4678–4742. https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.0c01263

Ho Thanh, T. (2012). *Water Hyacinth (Eichhornia crassipes) – Biomass Production, Ensilability and Feeding Value to Growing Cattle*.

Hoshino, Y., Utsunomiya, T., & Abe, O. (1981). The Thermal Decomposition of Sodium Nitrate and the Effects of Several Oxides on the Decomposition. *Bulletin of the Chemical Society of Japan*, *54*(5), 1385–1391. https://doi.org/10.1246/bcsj.54.1385

Idrissov, N., Aidarbekov, N., Kuspanov, Z., Askaruly, K., Tsurtsumia, O., Kuterbekov, K., Zeinulla, Z., Bekmyrza, K., Kabyshev, A., Kubenova, M., & Serik, A. (2025). Effect of

Metal Modification of Activated Carbon on the Hydrogen Adsorption Capacity. *Nanomaterials*, *15*(19), 1503. https://doi.org/10.3390/nano15191503

International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). (2014). Adsorption. En *The IUPAC Compendium of Chemical Terminology*. International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). https://doi.org/10.1351/goldbook.A00155

Jha, R. R., & Li, D. (2025). Quantifying the effects of water hyacinth (Pontederia crassipes) on freshwater ecosystems: a meta-analysis. *Biological Invasions*, *27*(1), 27. https://doi.org/10.1007/s10530-024-03499-9

Kabir, H., Gupta, A. K., & Tripathy, S. (2020). Fluoride and human health: Systematic appraisal of sources, exposures, metabolism, and toxicity. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, *50*(11), 1116–1193. https://doi.org/10.1080/10643389.2019.1647028

Kang, D., Yu, X., & Ge, M. (2017). Morphology-dependent properties and adsorption performance of CeO2 for fluoride removal. *Chemical Engineering Journal*, *330*, 36–43. https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.07.140

Kaur, K., Kaur, R., & Kaur, H. (2024). A systematic review of lignocellulosic biomass for remediation of environmental pollutants. *Applied Surface Science Advances*, *19*, 100547. https://doi.org/10.1016/j.apsadv.2023.100547

Kintek Press. (2026, marzo). *What is the typical sample-to-KBr ratio used in the pellet method?* Kintek. https://kinteksolution.com/faqs/what-is-the-typical-sample-to-kbr-ratio-used-in-the-pellet-method

Kriticos, D. J., & Brunel, S. (2016). Assessing and Managing the Current and Future Pest Risk from Water Hyacinth, (Eichhornia crassipes), an Invasive Aquatic Plant Threatening the Environment and Water Security. *PLOS ONE*, *11*(8), e0120054. https://doi.org/10.1371/JOURNAL.PONE.0120054

Lai, Z., Ma, X., Tang, Y., & Lin, H. (2012). Thermogravimetric analysis of the thermal decomposition of MSW in N2, CO2 and CO2/N2 atmospheres. *Fuel Processing Technology*, *102*, 18–23. https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2012.04.019

Le, H. N. T., & Jeong, H. K. (2015). Synthesis and Characterization of Nitrogen-doped Activated Carbon by Using Melamine. *New Physics: Sae Mulli*, *65*(1), 86–89. https://doi.org/10.3938/NPSM.65.86

Leyva-Ramos, R. (2007). Importancia y Aplicaciones de la Adsorción en Fase Líquida. En *Sólidos porosos: preparación, caracterización y aplicaciones* (pp. 155–206). Universidad de los Ándes.

Liang, T., Li, L., Zhu, C., Liu, X., Li, H., Su, Q., Ye, J., Geng, B., Tian, Y., Sardar, M. F., Huang, X., & Li, F. (2020). Adsorption of As(V) by the Novel and Efficient Adsorbent Cerium-Manganese Modified Biochar. *Water*, *12*(10), 2720. https://doi.org/10.3390/w12102720

Liu, X., Gao, M., Qiu, W., Khan, Z. H., Liu, N., Lin, L., & Song, Z. (2019). Fe–Mn–Ce oxide-modified biochar composites as efficient adsorbents for removing As(III) from water: adsorption performance and mechanisms. *Environmental Science and Pollution Research*, *26*(17), 17373–17382. https://doi.org/10.1007/s11356-019-04914-8

Lowell, S., Shields, J., Thomas, M., & Thommes, M. (2004). *Characterization of Porous Solids and Powders: Surface Area, Pore Size and Density*. Kluwer Academi Publishers.

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. https://doi.org/10.1016/j.jtice.2014.12.003

Medellín-Castillo, N. A., Hernández-Ramírez, M. G., Salazar-Rábago, J. J., Labrada-Delgado, G. J., & 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. https://doi.org/10.20937/RICA.2017.33.02.08

MedlinePlus. (2023, abril 13). *Fluoruro en la dieta*. https://medlineplus.gov/spanish/ency/article/002420.htm

Merodio-Morales, E. E., Reynel-Ávila, H. E., Mendoza-Castillo, D. I., Duran-Valle, C. J., & Bonilla-Petriciolet, A. (2020). Lanthanum- and cerium-based functionalization of chars and activated carbons for the adsorption of fluoride and arsenic ions. *International Journal of Environmental Science and Technology*, *17*(1), 115–128. https://doi.org/10.1007/s13762-019-02437-w

Mondal, N. K., Bhaumik, R., & Datta, J. K. (2015). Removal of fluoride by aluminum impregnated coconut fiber from synthetic fluoride solution and natural water.

Alexandria Engineering Journal, *54*(4), 1273–1284. https://doi.org/10.1016/j.aej.2015.08.006

Morales-Casique, E. (2021, julio). La contaminación del agua subterránea. *Ciencias y Humanidades*, 17–19. https://secihti.mx/wp-content/uploads/publicaciones_conacyt/ciencias_y_humanidades/01_Ciencias_y_Humanidades.pdf

Morgan, H. M., Yan, A.-D., Lu, Y.-S., Tsai, C.-H., & Tsai, W.-T. (2026). Pore and Thermochemical Properties of Biochar Materials Produced from Moso Bamboo Under Different Carbonization Conditions. *Materials*, *19*(2), 310. https://doi.org/10.3390/ma19020310

Naciones Unidas. (2023). *El agua potable, el saneamiento y la higiene continúan fuera del alcance para millones.* https://www.un.org/sustainabledevelopment/wp-content/uploads/sites/3/2024/01/2309739_S_SDG_2023_infographics_6-6.pdf

Naciones Unidas. (2024). *Global Issues: Water*. https://www.un.org/en/global-issues/water

National Center for Biotechnology Information. (2025). *Melamine* . PubChem Compound Summary for CID 7955. https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Melamine

National Center for Biotechnology Information. (2026). *Element Summary for AtomicNumber 9, Fluorine.* PubChem. https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/element/Fluorine.

National Institutes of Health. (2024). *Fluoride Fact Sheet for Health Professionals*. https://ods.od.nih.gov/factsheets/Fluoride-HealthProfessional/

Nordstrom, D. K. (2022). Fluoride in thermal and non-thermal groundwater: Insights from geochemical modeling. *Science of The Total Environment*, *824*, 153606. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.153606

Orero, B., Ntuli, F., Zvinowanda, C., Sithole, T., & Mashifana, T. (2025). Sustainable synthesis of activated carbon from water hyacinth via one-step carbonization-H3PO4 activation: Optimization and modeling via RSM-artificial intelligence approach. *Next Materials*, *9*, 101140. https://doi.org/10.1016/j.nxmate.2025.101140

Ortiz-Magdaleno, M., & Pozos-Guillén, A. (2024). *Flúor en el agua: riesgos y beneficios para la salud*. Elementos. https://elementos.buap.mx/directus/storage/uploads/00000009964.pdf

Pei, S., Hu, Y., Huang, Y., Liu, Y., & Zhou, H. (2024). Ultrasonically assisted synthesis of g-C3N4-activated carbon composite for enhanced defluoridation of water. *Alexandria Engineering Journal*, *86*, 399–404. https://doi.org/10.1016/j.aej.2023.11.084

Petrovic, B., Gorbounov, M., & Masoudi Soltani, S. (2021). Influence of surface modification on selective CO2 adsorption: A technical review on mechanisms and methods. *Microporous and Mesoporous Materials*, *312*, 110751. https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2020.110751

Pooja Avinash Chacherkar, Shantanu Dilip Bante, Gaurav Laxmikant Giradkar, Saurabh Sachitanand Dwivedi, Janhavi Dashrath Chandankhede, Shrikant Raju Lanjewar, Aakanksha Anil Sahu, & Anil Gopalji Dhawade. (2024). Phytofabrication green synthesis of silver nanoparticle from Pontederia crassipes with antimicrobial and

antioxidant potential. *World Journal of Biology Pharmacy and Health Sciences*, *20*(2), 541–550. https://doi.org/10.30574/wjbphs.2024.20.2.0925

Pradeep, S., Sathish, M., Sreeram, K. J., & Rao, J. R. (2021). Melamine-Based Polymeric Crosslinker for Cleaner Leather Production. *ACS Omega*, *6*(20), 12965–12976. https://doi.org/10.1021/acsomega.0c05668

Qin, H., Meng, J., & Chen, J. (2018). *Efficient adsorption of Hg (II) ions in water by activated carbon modified with melamine*. 020016. https://doi.org/10.1063/1.5033588

Quintero-García, J. A. (2025). ¿Crisis Hídrica o Crisis de Gestión del Agua en el Valle de San Luis Potosí? *Ciencia Latina Revista Científica Multidisciplinar*, *9*(1). https://doi.org/10.37811/cl_rcm.v9i1.16398

Rambhatla, N., Panicker, T. F., Mishra, R. K., Manjeshwar, S. K., & Sharma, A. (2025). Biomass pyrolysis for biochar production: Study of kinetics parameters and effect of temperature on biochar yield and its physicochemical properties. *Results in Engineering*, *25*, 103679. https://doi.org/10.1016/j.rineng.2024.103679

Rodríguez González, V. (2024). *Espectroscopia infrarroja por transformadas de Fourier*. Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica.

Rodríguez-Lara, J. W., Cervantes-Ortiz, F., Arambula-Villa, G., Mariscal-Amaro, L. A., Aguirre-Mancilla, C. L., & Andrio-Enríquez, E. (2021). Lirio acuático (Eichhornia crassipes): una revisión. *Agronomía Mesoamericana*, 44201. https://doi.org/10.15517/am.v33i1.44201

Sahoo, S. S., Vijay, V. K., Chandra, R., & Kumar, H. (2021). Production and characterization of biochar produced from slow pyrolysis of pigeon pea stalk and

bamboo. *Cleaner Engineering and Technology*, *3*, 100101. https://doi.org/10.1016/j.clet.2021.100101

Salman, S. D., Rasheed, I. M., & Mohammed, A. K. (2021). Adsorption of heavy metal ions using activated carbon derived from Eichhornia (water hyacinth). *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, *779*(1), 012074. https://doi.org/10.1088/1755-1315/779/1/012074

Sarkar, M., Rahman, A. K. M. L., & Bhoumik, N. C. (2017). Remediation of chromium and copper on water hyacinth (E. crassipes) shoot powder. *Water Resources and Industry*, *17*, 1–6. https://doi.org/10.1016/j.wri.2016.12.003

Sawana, R., Somasundar, Y., Iyer, V. S., & Baruwati, B. (2017). Ceria modified activated carbon: an efficient arsenic removal adsorbent for drinking water purification. *Applied Water Science*, *7*(3), 1223–1230. https://doi.org/10.1007/s13201-016-0398-z

Singh, K., Lataye, D. H., Wasewar, K. L., & Yoo, C. K. (2013). Removal of fluoride from aqueous solution: status and techniques. *Desalination and Water Treatment*, *51*(16–18), 3233–3247. https://doi.org/10.1080/19443994.2012.749036

Socrates, G. (2002). *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies: Tables and Charts.* (3a ed., Vol. 124). Journal of the American Chemical Society. https://doi.org/10.1021/ja0153520

Sosa-Reyes, M. P., García-Arteaga, L. V., & Hernández-Angel, F. (2023). Estudio teórico sobre las características, los impactos negativos y los usos alternativos del Lirio Acuático (Eichhornia Crassipes). *Revista Ingeniantes*, 45–51.

Sowmya, A., & Meenakshi, S. (2014). A novel quaternized chitosan–melamine–glutaraldehyde resin for the removal of nitrate and phosphate anions. *International Journal of Biological Macromolecules*, *64*, 224–232. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2013.11.036

Stuart, B. H. (2004). *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*. Wiley. https://doi.org/10.1002/0470011149

Talat, M., Mohan, S., Dixit, V., Singh, D. K., Hasan, S. H., & Srivastava, O. N. (2018). Effective removal of fluoride from water by coconut husk activated carbon in fixed bed column: Experimental and breakthrough curves analysis. *Groundwater for Sustainable Development*, *7*, 48–55. https://doi.org/10.1016/j.gsd.2018.03.001

Tao, W., Zhong, H., Pan, X., Wang, P., Wang, H., & Huang, L. (2020). Removal of fluoride from wastewater solution using Ce-AlOOH with oxalic acid as modification. *Journal of Hazardous Materials*, *384*, 121373. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.121373

Thermo Fisher Scientific. (2024). Fluoride Ion Selective Electrode User Guide. *Thermo Scientific Orion*.

Thommes, M., Kaneko, K., Neimark, A. V., Olivier, J. P., Rodriguez-Reinoso, F., Rouquerol, J., & Sing, K. S. W. (2015). Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, *87*(9–10), 1051–1069. https://doi.org/10.1515/pac-2014-1117

Tolkou, A. K., Manousi, N., Zachariadis, G. A., Katsoyiannis, I. A., & Deliyanni, E. A. (2021). Recently Developed Adsorbing Materials for Fluoride Removal from Water

and Fluoride Analytical Determination Techniques: A Review. *Sustainability*, *13*(13), 7061. https://doi.org/10.3390/su13137061

Tsaniatri, D. A., & Hargono, H. (2021). Adsorption of Pb(II) from aqueous solution by acid-modified water hyacinth cellulose. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, *1053*(1), 012010. https://doi.org/10.1088/1757-899x/1053/1/012010

Vázquez-Bojórquez, C., López-Verdín, S., Villanueva-Arriaga, R., Castañeda-Castaneira, E., Juárez-López, M. L. A., & Molina-Frechero, N. (2022). Fluoruros en agua de consumo al norte y occidente de México. *Rev Med Inst Mex Seguro Soc*, *60*(2), 179–187.

Vences-Álvarez, E. (2014). *Modificación de carbón activado con La(III) para la remoción de fluoruros del agua*. Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica.

Wang, Y., Jiang, H., Wei, W., Zhang, Z., Wang, X., Zhang, M., & Ren, L. (2025). Adsorption and Desorption Characteristics of Nano-Metal-Modified Zeolite for Removal of Oxygenated Volatile Organic Compounds. *Coatings*, *15*(10), 1206. https://doi.org/10.3390/coatings15101206

Wang, Y., Xie, X., Chen, X., Huang, C., & Yang, S. (2020a). Biochar-loaded Ce3+-enriched ultra-fine ceria nanoparticles for phosphate adsorption. *Journal of Hazardous Materials*, *396*, 122626. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122626

Wang, Y., Xie, X., Chen, X., Huang, C., & Yang, S. (2020b). Biochar-loaded Ce3+-enriched ultra-fine ceria nanoparticles for phosphate adsorption. *Journal of Hazardous Materials*, *396*, 122626. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122626

Wei, Y., Wang, L., Li, H., Yan, W., & Feng, J. (2022). Synergistic Fluoride Adsorption by Composite Adsorbents Synthesized From Different Types of Materials—A Review. *Frontiers in Chemistry*, *10*. https://doi.org/10.3389/fchem.2022.900660

Yuan, X., Luo, K., Wu, Y., He, J., Zhao, Z., & Yu, D. (2018). Investigation on the Stability of Derivative Melam from Melamine Pyrolysis under High Pressure. *Nanomaterials (Basel, Switzerland)*, *8*(3). https://doi.org/10.3390/nano8030172

Zaidi, R., Khan, S. U., Farooqi, I. H., & Azam, A. (2021). Investigation of kinetics and adsorption isotherm for fluoride removal from aqueous solutions using mesoporous cerium–aluminum binary oxide nanomaterials. *RSC Advances*, *11*(46), 28744–28760. https://doi.org/10.1039/D1RA00598G

Zhang, T., Zhao, B., Chen, Q., Peng, X., Yang, D., & Qiu, F. (2019). Layered double hydroxide functionalized biomass carbon fiber for highly efficient and recyclable fluoride adsorption. *Applied Biological Chemistry*, *62*(1), 12. https://doi.org/10.1186/s13765-019-0410-z

Zhao, M., Wang, Q., Krua, L. S. N., Yi, R., Zou, R., Li, X., & Huang, P. (2023). Application Progress of New Adsorption Materials for Removing Fluorine from Water. En *Water (Switzerland)* (Vol. 15, Número 4). MDPI. https://doi.org/10.3390/w15040646

Zou, X., Debiagi, P., Amjed, M. A., Zhai, M., & Faravelli, T. (2024). Impact of high-temperature biomass pyrolysis on biochar formation and composition. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, *179*, 106463. https://doi.org/10.1016/j.jaap.2024.106463

Zúñiga-Muro, N. M., Bonilla-Petriciolet, A., Mendoza-Castillo, D. I., Reynel-Ávila, H. E., & Tapia-Picazo, J. C. (2017). Fluoride adsorption properties of cerium-containing bone char. *Journal of Fluorine Chemistry*, *197*, 63–73. https://doi.org/10.1016/j.jfluchem.2017.03.004