UNIVERSIDAD PERUANA CAYETANO HEREDIA

FACULTAD DE CIENCIAS E INGENIERÍA

"ALBERTO CAZORLA TALLERI"



# ESTUDIO DE LA BIOSORCIÓN DEL PLOMO (II) EN SOLUCIONES ACUOSAS UTILIZANDO CÁSCARA DE TUMBO (PASSIFLORA TARMINIANA COPPENS & BARNEY) EN POLVO

Illari Justina Gutierrez Atusparia

TESIS PARA OPTAR POR EL TÍTULO PROFESIONAL DE LICENCIADO EN QUÍMICA

Asesor:

Dr. Wilner Valenzuela Barrientos

Lima-Perú

2023

### **Dedicatoria:**

Este trabajo se lo dedico a mi padre Guido Gutierrez Alania que en paz descanse, por enseñarme a ser perseverante y fuerte, aún en los momentos más oscuros que se me presenten en la vida, debido a que él decía que todo en esta vida tiene solución excepto la muerte.

## AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, agradezco a Dios por permitirme cumplir una de las tantas metas que tengo y darme la oportunidad de superar situaciones difíciles que me han ayudado a crecer en lo personal y profesional. A mi madre Teodora Atusparia, por siempre estar conmigo y creer en mis virtudes, siendo mi gran motivación y ejemplo para seguir adelante. A mi hermano Guido Martin Gutierrez Atusparia, por apoyarme en todo momento. Gracias, mamá y papá por haber apostado por mi educación y hacerme inmensamente feliz. A mi padrino Gerardo Robles por impulsarme a iniciar la tesis.

Agradezco a mi asesor el Dr. Wilner Valenzuela, por su disponibilidad a guiarme y compartir todos sus conocimientos. A mi jefe de carrera el Dr. Guillermo Santillán, por siempre estar dispuesto a orientarme y ayudarme durante la realización de este proyecto de tesis. Asimismo, agradezco a la Dra. Elisa Castañeda, por haber confiado en mí desde un primer momento y por todos sus aportes para llevar a cabo esta investigación.

Un agradecimiento especial a la empresa RENASA S.A por brindarme las facilidades para obtener los datos de absorción atómica que fueron demasiado importantes para terminar este proyecto.

A mi mejor amiga Laurie Espinoza, por todo su apoyo incondicional, dándome ánimos e incentivándome a pensar siempre en positivo. A Enrique y Kevin por darme las facilidades del uso de los materiales y hacer de mis días difíciles, los más alegres en el Laboratorio de Química. A mis amigos y colegas Renato, Tania, Gaby, Jackie, Brenda y Limba por demostrarme que las acciones valen más que mil palabras.

A mi querida amiga Annie Requena Roldan, por siempre estar pendiente de mi persona, escuchándome y aconsejándome que nunca dude de la capacidad que tengo para afrontar los problemas.

Finalmente, a mis gatos y perros (Gus Gus, Canchita bebé, Chinky, Winnie y Maylo) por acompañarme en las amanecidas que implicó el poder culminar esta tesis.

Captura de pantalla del reporte Turnitin:

ESTUDIO DI SOLUCIONE (PASSIFLOR	E LA BIOSORCIÓN I ES ACUOSAS UTILIZ A TARMINIANA COF	DEL PLOMO (I ANDO CÁSCA PPENS & BARI	I) EN RA DE TUMBO NEY) EN POLVO
INFORME DE ORIGINAL	IDAD		
7% INDICE DE SIMILIT	7% FUENTES DE INTERNET	2% PUBLICACIONES	% TRABAJOS DEL ESTUDIANTE
FUENTES PRIMARIAS			
1 idoc.p	<b>ub</b> Internet		1 %
2 hdl.ha Fuente de	ndle.net Internet		1 %
3 bibliot Fuente de	ecas.unsa.edu.pe		1 %
4 reposi Fuente de	torio.unal.edu.co		<1%
5 kupdf. Fuente de	.net Internet		<1 %
6 WWW.S Fuente de	slideshare.net		<1%
7 qdoc.t	ips Internet		<1%
8 es.scr Fuente de	ibd.com Internet		<1%

# TABLA DE CONTENIDO

1. IN	ITROI	DUCCIÓN	1
1.1.	Ads	sorción	3
1.2.	Cla	ses de Adsorción	4
1.	2.1.	Fisisorción	4
1.	2.2.	Quimisorción	4
1.3.	Bio	sorción	5
1.	3.1.	Capacidad máxima de biosorción	6
1.	3.2.	Parámetros implicados en la biosorción	7
1.4.	Isot	ermas de Adsorción	8
1.	4.1.	Isoterma de Langmuir	9
1.	4.2.	Isoterma de Freundlich	. 11
1.5.	Pec	tina como biosorbente	. 12
1.	5.1.	La pectina	. 12
1.	5.2.	Afinidad de la pectina por metales pesados	. 13
1.6.	Tur	mbo (Passiflora tarminiana Coppens & Barney)	. 14
1.	6.1.	Origen	. 14
1.	6.2.	Taxonomía	. 14
1.	6.3.	Importancia y usos	. 15
1.7.	Ant	ecedentes: Biosorbentes y metales pesados	. 15
1.8.	Pla	nteamiento del problema	. 17
1.9.	Pre	gunta de Investigación	. 20
1.10	). Hip	ótesis	. 20
1.11	. Obj	etivos	. 20
1.	11.1.	Objetivo General	. 20
1.	11.2.	Objetivos Específicos	. 20
2. M	IATER	RIALES Y MÉTODOS	. 21
2.1.	Ma	teriales, Equipos y Reactivos	. 21
2.	1.1.	Materiales de Estudio	. 21
2.	1.2.	Materiales de Laboratorio Químico	. 21
2.	1.3.	Equipos	. 22
2.	1.4.	Reactivos y Soluciones	. 22
2.	1.5.	Instalaciones	. 23

2.2. Mé	todo Experimental	23
2.2.1.	Acondicionamiento del biosorbente	
2.2.2.	Caracterización fisicoquímica del biosorbente	25
2.2.3.	Caracterización Instrumental del biosorbente	
2.2.4.	Cuantificación del adsorbato	
2.2.5.	Ensayos de adsorción para el plomo (II)	30
2.2.6.	Tratamiento de los datos obtenidos	
3. RESUL	TADOS	
3.1. Ana	álisis de la cáscara de tumbo en polvo	
3.1.1.	Análisis Fisicoquímicos	
3.1.2.	Análisis Instrumental	
3.2. Ens	ayos de adsorción para el plomo (II)	
3.2.1.	Delimitación del pH óptimo	35
3.2.2.	Delimitación del tiempo óptimo	
3.2.3.	Delimitación del peso óptimo	
3.2.4.	Delimitación del efecto de concentración	39
3.3. Estri	udio del proceso de biosorción mediante el uso de dos modelos de Langmuir y Freundlich	39
4 DISCUS	SIÓN	42
• An	álisis fisicoquímicos	42
	álisis Instrumentalas	
	ansis instrumentales	++ 17
• Pru	ebas de adsorción para el plomo (II)	
• Mo	delos de Isotermas de Langmuir y Freundlich	
5. CONCL	USIONES	
6. RECOM	IENDACIONES	
7. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS		

# ÍNDICE DE ABREVIATURAS

Abreviatura	Descripción
OMS	Organización Mundial de la Salud
PNUD	Programa de las Naciones Unidas para el Desarrollo
ECA	Estándares de Calidad Ambiental
ANA	Autoridad Nacional del Agua
INEI	Instituto Nacional de Estadística e Informática
DIGESA	Dirección General de Salud Ambiental
PTAR	Planta(s) de Tratamiento de Aguas Residuales
РТАР	Planta(s) de Tratamiento de Agua Potable
EAA	Espectroscopía de Absorción Atómica
EDX	Espectroscopía de Rayos X por Energía Dispersiva
ICP	Plasma Acoplado Inductivamente
FT-IR	Infrarrojo con Transformada de Fourier
ACS	American Chemical Society
RENASA	Reactivos Nacionales S.A
PVC	Policloruro de Vinilo
NTP	Norma Técnica Peruana
AOAC	Association of Analytical Communities
% R	Porcentaje de remoción

# LISTA DE TABLAS

Tabla 1. contaminadas	Comparación entre las técnicas convencionales usadas para tratar aguas con metales pesados y la biosorción como alternativa no convencional2
<b>Tabla 2.</b> durante el pro	Resumen de las fuerzas activas presentes en las interfaces involucradas ceso de adsorción
Tabla 3.	Clasificación taxonómica del tumbo14
Tabla 4. diferentes bio	Estudios relacionados al proceso de biosorción de metales pesados por masas y condiciones experimentales
<b>Tabla 5.</b> los ríos Rímao Categoría 1-S	Comparación de los valores reportados por el ANA para plomo (II) en c, Lurín y Chillón con los valores instaurados por el ECA para aguas de la ubcategoría A2
<b>Tabla 6.</b> (PTAP), para químicas	Técnicas empleadas por las 4 Plantas de Tratamiento de Agua Potable a la purificación de aguas contaminadas con diferentes especies 
Tabla 7.	Curva de calibración para el plomo (II)
<b>Tabla 8.</b> Coppens & Ba	Parámetros fisicoquímicos de la cáscara de tumbo ( <i>Passiflora tarminiana</i> arney)
<b>Tabla 9.</b> Langmuir	Resultados de la biosorción de plomo (II) al aplicar la isoterma de
Tabla 10. Freundlich	Resultados de la biosorción del plomo (II) al aplicar la isoterma de
Tabla 11.convencionale	Capacidades de Intercambio Catiónico (C.I.C) de materiales es usados para la adsorción de metales pesados

# **LISTA DE FIGURAS**

Figura 1.	Descripción gráfica del proceso de adsorción3
Figura 2.	Mecanismos involucrados en la biosorción de metales pesados6
Figura 3.	Tipos de curvas de las isotermas de adsorción9
<b>Figura 4.</b> polimérica del a	A la izquierda, estructura polimérica de la pectina y a la derecha, unidad ácido D-galacturónico
Figura 5. una especie de	Estructura polimérica de la pectina quelando a un ion Ca <sup>2+</sup> y formando caja de huevo

Figura 13.Isoterma de adsorción del plomo (II) a diferentes masas de cáscara de<br/>tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo y diferentes concentraciones<br/>de adsorbato a pH 4 y T.A.38

Figura 15.	Isoterma de adsorción para el plomo (II)
<b>Figura 16.</b> partir de la isote	Linealización del modelo de Langmuir en la adsorción del plomo (II) a erma obtenida en la <b>Figura 15</b> 40
<b>Figura 17.</b> partir de la isote	Linealización del modelo de Freundlich en la adsorción del plomo (II) a erma obtenida en la <b>Figura 15.</b> 42
Figura 18.	Espectro infrarrojo de la pectina de la cáscara de mandarina45
Figura 19.	Espectro infrarrojo de la pectina extraída de la cáscara del limón 45
Figura 20.	Espectro infrarrojo de la pectina de la cáscara de naranja seca
Figura 21.	Diagrama de Pourbaix para el plomo

## RESUMEN

La biosorción es una alternativa que está tomando gran relevancia ante los métodos convencionales para tratar aguas contaminadas con metales pesados, esto gracias a que principalmente, el material biosorbente utilizado puede ser regenerado y los iones metálicos involucrados pueden ser recuperados. El propósito de este trabajo fue evaluar la máxima capacidad de adsorción en equilibrio del plomo (II) en soluciones acuosas por medio de la cáscara del tumbo (Passiflora tarminiana Coppens & Barney) en polvo como biosorbente. En base a ello, antes del proceso de biosorción se caracterizó al biosorbente mediante estudios fisicoquímicos (humedad, acidez, pH, intercambio catiónico, densidad y porosidad) e instrumentales (FT-IR). Durante el proceso se analizaron parámetros como la dosis de biosorbente, la concentración de plomo (II), la cinética y el efecto del pH de la solución. Al finalizar la adsorción, los resultados indicaron que la adsorción del plomo (II) fue óptima usando 0.2 g de biosorbente en polvo, a una concentración de plomo (II) de 10 ppm, a pH 4 durante 3 horas de agitación. Estos factores alcanzaron un porcentaje máximo de remoción para el plomo (II) del 93.43 %. Asimismo, se observó que todos estos datos fueron descritos según el modelo de Langmuir resultando una capacidad máxima de adsorción de plomo (II) del 45.87 mg/g.

Palabras clave: biosorción, cáscara de tumbo, plomo, remoción.

# SUMMARY

Biosorption is an alternative that have highlighted than conventional methods to treatment of contaminated water with heavy metals, due mainly, that biosorbent material used can be regenerated and the metal ions involved can be recovered. The target of research was evaluate the maximum equilibrium adsorption capacity of lead (II) in aqueous solutions using of shell tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) powder as a biosorbent. Based on this, before the biosorption process, the biosorbent was characterized by physicochemical (humidity, acidity, pH, cationic exchange, density and porosity) and instrumental studies (FT-IR). During the process, parameters such as the quantity of biosorbent, the concentration of lead (II), the kinetics and pH effects of the solution were analyzed. Aftewards adsorption, the results indicated that lead (II) adsorption was optimal using 0.2 g of powdered biosorbent, at a lead (II) concentration of 10 ppm, at pH 4 for 3 hours of agitation. These factors reached a maximum removal percentage for lead (II) of 93.43 %. Likewise, it was observed that all these data were described according to the Langmuir model, resulting in a maximum lead (II) adsorption capacity of 45.87 mg/g.

**Keywords:** *biosorption, tumbo shell, lead, removal.* 

# 1. INTRODUCCIÓN

El agua, alrededor del 71 % cubre la superficie terrestre, donde las aguas saladas y dulces ocupan un 97 % y 3 % respectivamente. De esta última cifra, menos del 1 % es agua disponible para el consumo humano y está localizada en lagos, ríos y acuíferos de poca profundidad [1]. Al transcurrir los años, estas reservas de agua se han visto afectadas debido al incremento de la población, que trajo consigo un aumento en la contaminación ambiental de las mismas. Por esta razón, resulta esencial que el agua destinada a nuestro consumo sea de buena calidad, ya que podría verse perjudicado ante la presencia de microorganismos infecciosos, sustancias químicas nocivas, metales pesados, ácidos orgánicos, inorgánicos e incluso por la radioactividad [2].

Los metales pesados tienden a ser considerados a escala mundial una gran amenaza hacia la salud pública, sobre todo cuando están disueltos en el agua, como consecuencia de algunas actividades antropogénicas. Los trabajos industriales suelen liberar diferentes tipos de metales pesados (mercurio, cadmio, plomo, entre otros) a los entornos acuáticos, afectando a los ríos en mayor magnitud, debido a que, en ocasiones, los efluentes industriales son vertidos directamente a estos cuerpos de agua alterando sus propiedades fisicoquímicas como el valor del pH, color, densidad, etc. [3].

Los metales pesados tienen la capacidad de bioacumularse en el organismo humano; ocasionando que las tasas de mortalidad y morbilidad aumenten considerablemente de manera anual. El plomo (Pb), por ejemplo, suele encontrarse disuelto en el agua como Pb<sup>2+</sup>; esta solución al ser ingerida por el hombre puede causar anemia hemolítica (por falta de hemoglobina), daño a los riñones de forma crónica, daños neurotóxicos a nivel cerebral y daños al tejido hepático. La Organización Mundial de la Salud (OMS) señala que el plomo contribuye al desarrollo de la enfermedad del Parkinson. Por estas razones, es considerado como un metal altamente tóxico [4].

Ante estos problemas, varios científicos e investigadores se encuentran en la indagación de novedosas metodologías que demuestren ser útiles como alternativas para tratar aguas contaminadas con metales pesados (como los efluentes, ya sean provenientes de las industrias o minas) con el propósito de reducir la contaminación ambiental [5]

Tabla 1.Comparación entre las técnicas convencionales usadas para tratar aguascontaminadas con metales pesados y la biosorción como alternativa no convencional.

Métodos	Ventajas	Desventajas
Coagulación- Floculación [6]	Proceso sencillo Altamente eficiente en la remoción de iones metálicos disueltos en agua, colorantes y sólidos en suspensión. Capacidad de inactivación bacteriana.	Gran producción de lodos. Requiere la adición de coagulantes y floculantes no reutilizables. Transferencia de algunos compuestos tóxicos a la fase sólida.
Precipitación química [6]	Equipo simple y de fácil operación. Eficiente en la eliminación de metales y fluoruros.	Gran producción de lodos tóxicos y su costoso proceso de eliminación. No elimina por completo a los iones metálicos de baja concentración.
Ósmosis Inversa [6]	Elimina diferentes tipos de moléculas e iones ya sean orgánicos o inorgánicos, sólidos en suspensión y bacterias.	Requiere de gran energía. La membrana semipermeable es demasiado costosa. Adecuado para el tratamiento de efluentes industriales.
Biosorción [6]	Bajo costo de ejecución (parte de la biomasa). Recuperación de los metales adsorbidos. Reutilización del biosorbente. Fácil degradado del biosorbente. Es una técnica factible de usar aún si los metales pesados están presentes a concentraciones bajas.	La biomasa puede estar disponible solo por algunas temporadas. Lugar de procedencia de la biomasa. Estado de maduración y calidad de la biomasa.

En la actualidad existen diferentes técnicas convencionales que permiten remover metales pesados de distintas fuentes líquidas, ver **Tabla 1**. Entre las más comunes están la floculación, coagulación, precipitación química, ósmosis inversa e intercambio iónico. Gran parte de estos métodos requieren de una elevada inversión, al igual que las sustancias químicas implicadas en los procesos que resultan ser nocivas para la salud; razones por las cuales no son tan accesibles [7].

No obstante, la adsorción de metales pesados por biomasa es una de las técnicas que más resalta gracias a su bajo costo, gran eficiencia y la disponibilidad de los materiales de partida en la naturaleza. Por estas razones ha terminado siendo muy aceptada en los últimos años como un recurso para remediar cuerpos de agua contaminados con metales pesados [8].

#### 1.1. Adsorción

La palabra sorción engloba tanto al proceso de absorción como al de adsorción. Ambos términos no deben ser confundidos ya que, la absorción es un proceso en el que un componente penetra o se disuelve en la mayor parte de un absorbente sólido o líquido. Mientras que la adsorción es un método fisicoquímico que permite unir a las partículas (átomo, ion o molécula) presentes en un fluido (ya sea líquido o gaseoso) hacia una superficie sólida porosa, ver **Figura 1**; gracias a que estos poros crean una gran área de superficie que posibilita una mayor captación de partículas [9].



Figura 1. Descripción gráfica del proceso de adsorción.

Fuente: Adaptado de Abbar B, et al [8].

La fase sólida tiende a ser nombrada como adsorbente; mientras que, el componente adsorbido en el adsorbente recibe el nombre de adsorbato. En el proceso de adsorción, dentro de la solución hay tres interfaces involucradas: adsorbato-agua, adsorbato-adsorbente y adsorbente-agua; donde cada una de ellas involucra fuerzas activas diferentes, ver **Tabla 2.** El adsorbato y la superficie del adsorbente interaccionan debido a fuerzas de atracción existentes como las electrostáticas, enlaces químicos y/o Van Der Waals [10].

#### 1.2. Clases de Adsorción

#### 1.2.1. Fisisorción

La adsorción física también conocida en su forma abreviada como fisisorción, ocurre debido a interacciones Van Der Waals y/o interacciones electrostáticas entre el adsorbato y el adsorbente. Se estima que la fisisorción entre el adsorbente y adsorbato se encuentra a una entalpía menor a los 40 kJ/mol (exotérmico), por lo que predomina a temperaturas inferiores a los 150 °C y no requiere de una energía de activación [11].

La adsorción física tiene fuerzas y energías de unión débiles, es reversible, opera a distancias largas; es decir, los adsorbatos pueden formar múltiples capas en la superficie del adsorbente (multicapas) donde la especie adsorbida conserva su naturaleza [12].

#### 1.2.2. Quimisorción

La adsorción química también conocida en su forma abreviada como quimisorción, implica una transferencia de electrones entre lugares específicos de la superficie por lo que las moléculas de adsorbato acceden a formar un enlace iónico o covalente. Los solutos adsorbidos no tienen libertad para moverse sobre la superficie o dentro de la interfase. Normalmente, tanto el adsorbente como el adsorbato se atraen por medio de enlaces covalentes, originando que los enlaces sean de longitudes cortas y energías altas a comparación de la fisisorción [9].

En la quimisorción, los adsorbatos no pueden acumularse en más de una capa (monocapa) a la superficie del adsorbente, debido a la especificidad del enlace entre el adsorbato y los grupos funcionales de la superficie del adsorbente [12].

La entalpía de la quimisorción (exotérmico) es mucho mayor que de la fisisorción, ya que se encuentra alrededor de los 200 kJ/mol. La adsorción química es irreversible, suele ser más específica y cinéticamente más lenta [11].

Tabla 2.Resumen de las fuerzas activas presentes en las interfaces involucradasdurante el proceso de adsorción.

	r	Fipos de Interfac	es
Tipos de Fuerzas de Atracción	Adsorbato/ Agua	Adsorbato/ Superficie del Adsorbente	Adsorbente/ Agua
Repulsión Coulómbica	-	Х	-
Atracción Coulómbica	-	Х	-
Atracción de especies iónicas y neutras	-	Х	-
Enlace Covalente	-	Х	-
Atracción Ion-Dipolo	Х	Х	Х
Atracción Dipolo-Dipolo	х	Х	Х
Atracción Dipolo-Dipolo inducido	х	Х	Х
Enlace Hidrógeno	X	Х	Х
Fuerza de Van Der Waals	X	X	X

Fuente: Adaptado de Crittenden J, et al [12].

#### 1.3. Biosorción

Es un proceso fisicoquímico simple, que se define como un método de concentración por parte de los iones metálicos sobre la superficie del biosorbente, puesto que existen entre ambos, altas fuerzas de atracción.

La alta afinidad entre el biosorbente y el adsorbato genera que este último sea atraído y unido al sólido por diferentes mecanismos de interacción: coordinación, quelación, adsorción física, adsorción química y/o intercambio iónico, ver **Figura 2** [13]. La finalidad del proceso es llegar al equilibrio entre el número de adsorbatos unidos a la superficie del sólido utilizado y el número de adsorbatos libres que aún permanecen en solución. Asimismo, la característica más resaltante de la biosorción es que puede captar metales pesados, aún si estos se encuentran a concentraciones de ppb, partes por billón [7].



Figura 2. Mecanismos involucrados en la biosorción de metales pesados.

Fuente: Adaptado de Vahabisani A, An C [13].

#### 1.3.1. Capacidad máxima de biosorción

Este parámetro se expresa como "mg" del ion estudiado por "g" de biomasa, y se calcula por medio de la siguiente fórmula:

$$q m \acute{a}x. = \frac{Vol. (C_i - C_f)}{m} \qquad ecuación (1)$$

Donde:

q máx. = cantidad máxima de iones metálicos adsorbidos (mg/g)

Vol. = volumen de la muestra (L)

 $C_i$  = cantidad inicial de los iones metálicos en disolución (mg/L)

C<sub>f</sub> = cantidad final de iones metálicos en un tiempo "t" en una disolución (mg/L)

m = masa del adsorbente (g)

De esta ecuación se puede inferir que la masa de iones metálicos de  $Pb^{2+}$ biosorbidos por unidad de masa del tumbo en un tiempo dado corresponde a la capacidad de biosorción (q). Si el proceso abarca un tiempo prolongado que le permite conseguir el equilibrio, entonces "q" se volverá constante y C<sub>f</sub> corresponderá a la masa iones metálicos en equilibrio (C<sub>e</sub>) en la solución [11]. Adicionalmente, el porcentaje de remoción (% R) para el adsorbato se puede calcular tal como indica la siguiente ecuación:

$$\% R = \frac{(C_i - C_e)}{C_i} x \, 100 \qquad ecuación \, (2)$$

Donde:

 $C_i$  = concentración inicial de iones metálicos en la muestra acuosa (mg/L)  $C_e$  = concentración de los iones metálicos que están en equilibrio en la muestra acuosa (mg/L)

1.3.2. Parámetros implicados en la biosorción

1.3.2.1. Factor pH

El pH de la muestra acuosa con la que se trabaja es un factor muy importante, debido a que su valor influye fuertemente en la disgregación de los centros activos sujetos a la superficie del biosorbente, al igual que en los iones metálicos (estos pueden sufrir reacciones redox, precipitación y/o especiación) [14].

1.3.2.2. Factor tamaño de partícula

Aquellas partículas que favorecen el proceso de biosorción y reducen el valor del tiempo de equilibrio son las de tamaño pequeño ( $< 250 \ \mu m$ ), debido a que tienen un área superficial más grande [15].

#### 1.3.2.3. Naturaleza del adsorbato

Cuando nos referimos a iones metálicos se debe tener en cuenta que los metales blandos (como por ejemplo:  $Ag^+$ ,  $Hg^{2+}$ ,  $Pd^{2+}$ ,  $Pt^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ) sienten afinidad por aquellos grupos funcionales que contienen nitrógeno o sulfuro en sus estructuras por medio de enlaces covalentes o interacciones de coordinación [16].

Mientras que los metales duros (Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>) sienten afinidad por los ligandos duros o grupos que contienen oxígeno por medio de interacciones electrostáticas. Esto es importante porque de acuerdo con los grupos funcionales que posea en su estructura el adsorbente elegido, será el más adecuado para biosorber al metal estudiado [15].

#### 1.3.2.4. Área Superficial del biosorbente

El nivel de adsorción es proporcional de manera directa al área superficial del adsorbente. Sin embargo, una modificación en la superficie de la biomasa puede ser perjudicial o benéfico en cuanto a la eficacia del proceso de adsorción [16].

#### 1.4. Isotermas de Adsorción

Isoterma se refiere a una relación que se cumple a una temperatura constante. El estudio de la isoterma es fundamental durante el transcurso de la adsorción, debido a que puede describir cómo interactúan los metales con el biosorbente y así establecer el uso óptimo del biosorbente y el diseño de una posible planta de biorremediación [11].

El vínculo entre "qe" (capacidad de adsorción en el equilibrio) y "Ce" (concentración en equilibrio del adsorbato presente en la fase líquida) a una temperatura T, también se denomina como isoterma de adsorción en T [14]:

$$q_e = K \cdot C_e$$
 a una temperatura "T" ecuación (3)

Donde:

q<sub>e</sub>: concentración de adsorbato adsorbido (mg) por cantidad de sorbente empleado (g)
 k: constante de equilibrio

C<sub>e</sub>: concentración en equilibrio del adsorbato en fase líquida (mg)

Respecto a la curva de una isoterma de adsorción, resulta ser favorable si su forma es cóncava hacia arriba y desfavorable si es cóncava hacia abajo, ver **Figura 3.** Cualquier punto de una curva isotérmica indica que tanto adsorbato ha sido adsorbido por unidad de masa de biosorbente, es decir, indica la capacidad de adsorción alcanzada a una concentración en particular [15].



Figura 3. Tipos de curvas de las isotermas de adsorción.

Fuente: Adaptado de Cecen F, Aktas Ö [15].

Los modelos de isoterma de equilibrio son capaces no solo de representar el proceso de adsorción, sino también de explicar y predecir el comportamiento experimental de la adsorción de los adsorbatos. En este proyecto se estudiarán 2 isotermas: Langmuir y Freundlich.

#### 1.4.1. Isoterma de Langmuir

Se utiliza ampliamente para explicar la afinidad entre la cantidad de adsorbato adsorbido en la superficie del biosorbente y la cantidad del mismo adsorbato que está en equilibrio en la solución acuosa. La *ecuación* (4) de Langmuir correlaciona la capa formada de moléculas de adsorbato sobre la superficie del sólido con la concentración de los adsorbatos que aún están en la fase líquida a un valor de temperatura invariable [9].

$$C_e = \frac{q_e(1 + K_c, C_e)}{q_{max}, K_c} \quad ecuación (4)$$

Estos parámetros pueden determinarse a partir de una forma linealizada tal como muestra la ecuación:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_{máx} \cdot K_c} + \frac{C_e}{q_{máx}} \quad ecuación (5)$$

Donde:

C<sub>e</sub>: concentración de iones metálicos en equilibrio (mg/L) q<sub>e</sub>: concentración de los iones metálicos adsorbidos por cada unidad de masa biosorbente en el equilibrio (mg/g) q <sub>máx.</sub>: constante que describe la máxima sorción específica de iones metálicos correspondiente a la saturación de los sitios (mg/g) K<sub>c</sub>: constante de Langmuir que describe la relación entre el adsorbato y adsorbente (L/mg)

Por otro lado, la isoterma de Langmuir plantea tres premisas, descritas a continuación [10]:

- a) Las partículas adsorbidas se distribuyen estadísticamente por toda la superficie resultando inmóviles; por lo tanto, la adsorción no puede proceder más allá de una monocapa.
- b) El proceso de adsorción tiene lugar solo en espacios libres de la superficie del adsorbente; debido a que, un sitio ocupado es considerado como un sitio prohibido.
- c) La energía de enlace de cada partícula es la misma, por lo tanto, la energía de adsorción es estable gracias a que es independiente del sitio y la capa de moléculas formada. Todos los sitios de adsorción posibles son equivalentes, por ende, las partículas adsorbidas no pueden interactuar unas con otras.

En síntesis, la teoría de la isoterma de Langmuir considera que el proceso de adsorción se realiza en una superficie homogénea, es decir, la sorción está a nivel de una monocapa sin interrelación alguna entre los adsorbatos adsorbidos. Asimismo, indica que al aumentar la distancia entre el adsorbato y el adsorbente se presenta una disminución rápida de las fuerzas atracción [12].

Por esta razón, para conocer qué clase de forma tiene la isoterma de Langmuir, se necesita de un parámetro llamado factor de separación o más conocido como  $R_L$ , que está definido por la siguiente ecuación:

$$R_L = \frac{1}{1 + K_c \cdot C_o} \qquad ecuación (6)$$

Donde:

 $C_o$ : concentración inicial del adsorbato (mg/L)  $K_c$ : constante de Langmuir (L/mg)

Se debe tener en cuenta lo	siguiente:
----------------------------	------------

Si, $R_L = 1$	La isoterma resulta ser lineal
Si, $1 > R_L > 0$	La isoterma resulta ser favorable
Si, $R_L > 1$	La isoterma resulta ser desfavorable
Si, $R_L = 0$	La isoterma resulta ser irreversible

#### 1.4.2. Isoterma de Freundlich

En este modelo a diferencia del anterior, la sorción ocurre en una superficie no uniforme (heterogénea). Esta clase de isoterma es la más empleada para explicar el equilibrio de adsorción, ya que es capaz de detallar la adsorción de los adsorbatos en una amplia variedad de nano-sorbentes. En promedio, una adsorción favorable tiende a tener una constante de Freundlich "n" entre 1 y 10.

Un valor mayor de n (o un valor menor de 1/n) implica una interacción más fuerte entre el biosorbente y el ion metálico; mientras que, si n resulta ser 1, la adsorción sería lineal y al igual que las energías de adsorción en todos los centros activos [15].

La isoterma de Freundlich se representa según lo indica la ecuación (7):

$$q_e = K_f . (C_e)^{\frac{1}{n}} \quad ecuación (7)$$

La ecuación anterior puede ser linealizada y representada de la siguiente manera:

$$Log q_e = \frac{1}{n} (Log C_e) + Log K_f$$
 ecuación (8)

Donde:

C<sub>e</sub>: cantidad de adsorbato que está presente en el medio acuoso en equilibrio (mg/L) q<sub>e</sub>: concentración de iones metálicos adsorbidos por cada unidad de masa biosorbente en el equilibrio (mg/g)

 $K_f\!\!:$  constante de equilibrio de Freundlich correlacionada a la capacidad de adsorción  $(mg/g).(L/mg)^{1/n}$ 

n: constante adimensional de Freundlich que indica la intensidad de la adsorción

1.5. Pectina como biosorbente

#### 1.5.1. La pectina

Al consumir frutas frescas se generan residuos como las cáscaras, que por lo regular terminan siendo rechazadas y desechadas; pasando por alto que éstas aún pueden contener distintas macromoléculas interesantes como por ejemplo la pectina [17].

La pectina se encuentra presente en la pared celular vegetal, donde contribuye con diferentes procesos fisiológicos como el crecimiento celular de la planta. Es un heteropolisacárido que consta de unos pocos cientos hasta 1000 unidades de ácido D-galacturónico ( $C_6H_{10}O_7$ ) aproximadamente y que están unidos mediante enlaces glucosídicos  $\alpha$ -(1,4) formando una especie de cadena. Cada ácido urónico tiene un grupo carboxilo (-COOCH) que a veces se presenta como éster metílico (-COOCH<sub>3</sub>) [18].



**Figura 4.** A la izquierda, estructura polimérica de la pectina y a la derecha, unidad polimérica del ácido D-galacturónico.

Fuente: Adaptado de Lehninger A, & Thakur B, et al [19,18].

La funcionalidad más importante de la pectina radica en la capacidad que tiene de unirse a cationes divalentes. El mecanismo de interacción entre las moléculas de pectina y los metales pesados se basa de acuerdo con el modelo "caja de huevo" (ver **Figura 5**). La base de unión de este mecanismo es la formación del enlace iónico entre los grupos carboxilos libres no esterificados de la pectina y el metal; así como, el enlace hidrógeno que se forma entre el oxígeno (grupo carboxilo) y los átomos metálicos [20].



**Figura 5.** Estructura polimérica de la pectina quelando a un ion  $Ca^{2+}$  y formando una especie de caja de huevo.

Fuente: Adaptado de Thakur B, Singh R, Handa A [18].

#### 1.5.2. Afinidad de la pectina por metales pesados

La afinidad de la pectina hacia los metales pesados depende también de la electronegatividad y el tamaño del catión. En 1999 se notificó que las pectinas de los cítricos, las betarragas y las manzanas presentaban una secuencia de afinidad creciente por algunos metales, expresado de la siguiente manera [17]:

$$Cd^{2+} < Zn^{2+} = Ni^{2+} < Co^{2+} < Cu^{2+} = Pb^{2+}$$

En el 2005, el gel de adsorción preparado, a partir de los residuos cítricos, en forma de Ca(II)-pectina mediante una modificación química simple reportó el siguiente orden de selectividad para 6 iones metálicos [21]:

$$Mn^{+2} < Zn^{+2} = Cd^{+2} < Cu^{+2} < Fe^{+3} < Pb^{2+}$$

En el 2018 un experimento que modificó la cáscara de naranja con hidróxido de sodio y cloruro de calcio para fijar 3 iones metálicos a la superficie del biosorbente mostró el siguiente orden de selectividad [22]:

$$Zn^{2+} < Cu^{2+} < Pb^{2+}$$

Es más, se encontró un estudio que reportó la capacidad de adsorción para el plomo (II) por pectinas presentes en frutos como manzana, naranja y nopal, cuyos valores fueron: 147-180 mg/g, 176 mg/g y 26.6 mg/g respectivamente [22].

En resumen, la pectina muestra tener una mayor afinidad por el plomo (II), cobre (II) y cadmio (II), siendo el plomo (II), el metal pesado más tóxico y dañino porque no está asociado a ninguna ruta metabólica presente en nuestro organismo [23].

La información obtenida, también indica que aquellas cáscaras que contienen pectina son de gran interés para ser utilizadas como biosorbentes de metales pesados.

#### 1.6. Tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney)

1.6.1. Origen

La curuba, purocksha, poro poro, maracuyá banano o tumbo serrano es un fruto que proviene de los valles andinos sudamericanos (México, Colombia, Venezuela y Perú) encontrándolo de forma silvestre en los andes peruanos (Huancavelica, Junín y Ancash) a alturas entre los 1000 y 3500 m.s.n.m [24].

1.6.2. Taxonomía

Tabla 3.Clasificación taxonómica del tumbo.

Super Reino	Eukaryota
Reino	Viridiplantae
División	Streptophyta
Clase	Magnoliopsida

Orden	Malpighiales
Familia	Passifloraceae
Sub Familia	Passifloroideae
Género	Passiflora L.
Subgénero	Passiflora
Supersección	Tacsonia (Juss.) Feuillet & MacDougal
Sección	Elkea Feuillet & MacDougal
Especie	Passiflora tarminiana Coppens & Barney

**Fuente:** Esta clasificación se realizó en base a un especialista botánico que previamente estudió al fruto utilizado en este proyecto (**Anexo 1**).

1.6.3. Importancia y usos

Se ha encontrado que el tumbo tiene propiedades medicinales contra los malestares urinarios, dolores estomacales, entre otros. Gracias a las vitaminas que contiene (A, B y C), también se ha reportado su importancia en el funcionamiento de los huesos, el buen estado de la piel, mucosa y cabello. Debido a los beneficios descritos, el tumbo es usado generalmente para jugos, mermeladas, tragos (tumbo sour), vinos, helados, gomitas, cervezas, etc., generándose una gran cantidad de desechos entre cáscaras y semillas [25].

1.7. Antecedentes: Biosorbentes y metales pesados

La literatura cuenta con referencias sobre la búsqueda continua de nuevos materiales para proponerlos como biosorbentes en la remoción de metales pesados.

**Tabla 4.**Estudios relacionados al proceso de biosorción de metales pesados pordiferentes biomasas y condiciones experimentales.

Biosorbente	Adsorbatos	% R	Condiciones Experimentales	N.º
Cáscaras de naranja ( <i>Citrus x</i> <i>sinensis</i> ) y maracuyá ( <i>Passiflora</i> <i>edulis</i> )	Plomo (II) y Arsénico (II)	98.00 %	Concentración inicial del plomo (II) y arsénico (II) en muestras acuosas: 0.0560  y  0.0980  mg/L. Partículas de la cáscara de naranja: > $850 \mu$ m. A una dosis de 25 g y 1 h de agitación se obtuvieron del plomo (II) y arsénico (II) concentraciones finales de: $0.00090 \text{ y } 0.0010 \text{ mg/L.}$ Por otro lado, partículas de cáscara de maracuyá > $850 \mu$ m, a una dosis de 15 g en 1 h de agitación redujeron al plomo (II) y arsénico (II) a concentraciones de $0.0018 \text{ ppm y}$ 0.0030  ppm. Los experimentos se realizaron a temperatura ambiente (T.A).	<b>Ref.</b> [26]
Cáscara de plátano (Musa Paradisiaca)	Zinc (II)	86.00 %	Concentración inicial de zinc (II) en una muestra de agua superficial tomada del río San Lorenzo (Moche): 5.06 mg/L. Partículas de cáscara de plátano <100 μm, a una dosis de 10 g en soluciones de pH de 7.35 a temperatura ambiente (T.A) y 12 h de tiempo de contacto se obtuvo una concentración final del zinc (II) de 0.7790 mg/L.	[27]

			Concentración inicial de arsénico (II)	
			concentración inicial de disenteo (11)	
			en muestras de agua tomadas del río	
			Chili (Arequipa): 0.017 mg/L.	
Semillas de			Partículas de semillas de tumbo > 500	
tumbo	Arsénico	35.29	$\mu$ m, a una dosis de 0.15 g en	[28]
(Passiflora	(II)	%	soluciones de pH 6.5 a temperatura	[20]
tripartita)			ambiente (T.A) y 30 min de tiempo de	
			contacto a 240 RPM, redujo la	
			concentración del arsénico (II) a	
			0.011 ppm.	

#### 1.8. Planteamiento del problema

La Asamblea General de las Naciones Unidas admite el acceso al agua de consumo limpia y salubre como un recurso humano fundamental. Según el Programa de las Naciones Unidas para el Desarrollo (PNUD), alrededor de 1.100 millones de personas en el mundo escasean de acceso al agua potable [29].

Perú dispone cerca del 1.89 % de agua dulce, por lo que estamos obligados a preservar su calidad y repartirla por igual entre todos los peruanos. En Lima Metropolitana, el agua es abastecida a una población mayor a los 10 millones de personas por tres ríos importantes: Lurín (fuente subterránea), Rímac y Chillón (fuentes superficiales) [30].

Sin embargo, un último estudio (2019) demostró que estos ríos poseían una gran cantidad de metales pesados, coliformes fecales, parásitos y diferentes tipos de microorganismos que se encargan de alterar el pH, los colores, olores, las temperaturas, entre otras propiedades fisicoquímicas de dichos cuerpos de agua. Cada agente contaminante superaba los niveles máximos estipulados en el ECA para agua, afectando de manera negativa la salud pública debido a que, estas aguas contaminadas son usadas por los pobladores ya sea para uso y/o consumo directo, fuente de riego vegetal, recreación, bebida de los animales, etc. [31].

Tabla 5.Comparación de los valores reportados por el ANA para plomo (II) en losríos Rímac, Lurín y Chillón con los valores instaurados por el ECA para aguas de laCategoría 1-Subcategoría A2.

Ríos de Lima		Concentración reportada	Valor establecido por el ECA
		Pb (II)	Pb (II)
Rímac [32]	2022	0.056 mg/L	
Lurín [33]	2014	0.006 mg/L	0.050 mg/L
Chillón [34]	2021	0.005 mg/L	

Asimismo, un informe realizado por el Instituto Nacional de Estadísticas e Informática (INEI) en el 2022 reportó que el río Rímac superó el valor del plomo (II) establecido por el ECA para aguas de la Categoría 1: Poblacional y Recreacional (subcategoría A2), ver **Tabla 5** [35].

Para tratar dicho problema, Lima cuenta con cuatro Plantas de Tratamiento de Agua Potable (PTAP): Las Atarjeas Nº1 y Nº2, que están localizadas en el distrito del Agustino; Chillón, en Carabayllo y Huachipa, en Lurigancho-Chosica [36].

Tabla 6.Técnicas empleadas por las 4 Plantas de Tratamiento de Agua Potable(PTAP), para la purificación de aguas contaminadas con diferentes especies químicas.

PTAP en Lima	Técnicas	Observaciones
PTAP Chillón [37]	Coagulación y Floculación	<ul> <li>✓ Utiliza como coagulante sulfato férrico, sales de aluminio y polímero catiónico.</li> <li>✓ Utiliza como El usar estas técnicas permite coagular metales</li> </ul>
PTAP Las Atarjeas N°1 y N°2 [38]	Coagulación V Utiliza como coagulante al cloruro férrico.	<ul> <li>✓ Utiliza como el hierro, aluminio, coagulante al cloruro férrico.</li> <li>Como el hierro, aluminio, manganeso, arsénico, plomo, cadmio, entre</li> </ul>
PTAP de Huachipa [39]	Coagulación y Floculación	✓ Utiliza un polímero floculante. otros.

La técnica coagulación-floculación es usada por estas cuatro PTAP (**Tabla 6**) con la finalidad de potabilizar el agua captada de ríos, lagunas, embalses eliminando las impurezas como los sólidos orgánicos, arcillas e iones metálicos [40].

En este proyecto de investigación se ha decidido estudiar al plomo (II) debido a que, este metal sobrepasa los niveles permitidos en aguas superficiales estipulados por el ECA. En búsqueda de alternativas para tratar este problema, la biosorción resulta ser una metodología para la remediación de aguas superficiales contaminadas con iones metálicos pesados. Para emplearla, este estudio usará residuos orgánicos que funcionen como biosorbentes.

El tumbo serrano (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) es cultivado en las huertas domésticas de los Andes Peruanos y se tiene conocimiento que, en Huancavelica, las cáscaras de tumbo son consideradas residuos industriales, debido a que se desperdician sin darles un mejor uso. El Perú produce aproximadamente 12 toneladas de tumbo por hectárea cada año (existen alrededor de 250 hectáreas). Los cuales pueden ser cultivados en distintas zonas gracias a su capacidad de adaptación en diferentes tipos de terrenos [41].

Además, se ha reportado que este fruto suele ser utilizado para la producción de mermeladas, jugos, energizantes, etc., generando un 41 % de restos entre semillas y cáscaras que son totalmente desaprovechadas [42].

No obstante, hasta la actualidad no se han publicado investigaciones relacionadas a la cáscara del tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) como biosorbente de metales pesados. Por consiguiente, la importancia de este proyecto radica en adsorber al plomo (II) presente en un medio acuoso mediante el uso de la cáscara del tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) como biosorbente, al igual que demostrar la eficiencia del proceso de adsorción.

Asimismo, se pretende aumentar la lista de materiales biológicos con potencial uso biorremediador en las aguas del río Rímac, Chillón y/o Lurín contaminadas con metales pesados.

1.9. Pregunta de Investigación

• ¿El biosorbente cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en el polvo puede ser usado como biorremediador del plomo (II) para ser aplicado en el tratamiento de muestras de aguas contaminadas procedentes de los ríos de Lima Metropolitana?

#### 1.10. Hipótesis

• La cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) funciona como un potencial biosorbente en la remoción de plomo (II) en soluciones acuosas que se encuentran por encima de los niveles permitidos por ECA, bajo algunos parámetros como el pH y la masa de biosorbente en condiciones óptimas.

1.11. Objetivos

1.11.1. Objetivo General

• Estimar la máxima capacidad de adsorción usando la cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo para la remoción de plomo (II) en soluciones acuosas.

1.11.2. Objetivos Específicos

• Identificar los grupos funcionales de la cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) utilizando la técnica espectroscópica FT-IR, para elucidar las posibles interacciones que participan en el fenómeno de adsorción.

• Determinar el pH óptimo del proceso de biosorción para alcanzar el máximo porcentaje de remoción del plomo (II) en soluciones acuosas.

• Determinar la masa óptima de la cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo para alcanzar la máxima remoción del plomo (II) en soluciones acuosas.

• Determinar el tiempo óptimo del proceso de biosorción para alcanzar la máxima remoción del plomo (II) en soluciones acuosas.

• Emplear los modelos de adsorción de Langmuir y Freundlich para tratar de explicar el proceso de adsorción.

# 2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales, Equipos y Reactivos

2.1.1. Materiales de Estudio

2.1.1.1. Biosorbente

Se usó como biosorbente a la cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo.

2.1.1.2. Adsorbato

Se utilizó como adsorbato al ion Pb<sup>2+</sup>.

### 2.1.2. Materiales de Laboratorio Químico

- Fiolas de 25 mL, 100 mL, 500 mL, 1000 mL Clase A
- Matraces erlenmeyer de 150 mL y 250 mL
- Pipetas volumétricas de 10 mL Clase AS
- Pipetas graduadas de 1 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL y 20 mL Clase A/AS
- Vasos precipitados de 100 mL, 250 mL, 400 mL y 1000 mL
- Probetas de 10 mL, 50 mL y 100 mL
- Bureta de 50 mL
- Baguetas de vidrio
- Espátulas
- Pastillas de agitación
- Embudos de vidrio de vástago corto
- Tiras de pH indicador
- Picnómetro de 9.743 mL

- Papel filtro Whatman N. ° 41
- Tubos de ensayo
- Placas Petri de vidrio
- Crisoles de porcelana
- Desecador de vidrio
- Propipeta
- Cuchillo
- Soportes universales, anillos, nueces y pinzas
- Papel Parafilm
- Tamiz de malla N.º 60
- 30 frascos PVC con tapa

## 2.1.3. Equipos

- Equipo de Absorción Atómica (PinAAcle 900F Perkin Elmer)
- Equipo Infrarrojo por Transformada de Fourier (Thermo Scientific Nicolet iS10)
- Balanza de precisión de capacidad de 220 g y resolución de 0.1 mg (marca METTLER TOLEDO)
- Agitadores Magnéticos (marca DLAB)
- pH metro (marca METTLER TOLEDO)
- Licuadora (marca Oster)
- Estufa de secado
- Centrifugadora
- Cronómetro

## 2.1.4. Reactivos y Soluciones

- Acetato de plomo trihidratado p.a ((CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>Pb.3H<sub>2</sub>O)
- Hidróxido de sodio en grageas p.a (NaOH)
- Solución de ácido clorhídrico al 36 % (HCl)

- Solución de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>)
- Solución de ácido acético glacial (CH<sub>3</sub>COOH)
- Cloruro de sodio en sólido p.a (NaCl)
- Solución indicadora de fenolftaleína
- Agua destilada

#### 2.1.5. Instalaciones

- Los análisis fisicoquímicos del biosorbente fueron realizados en el "Laboratorio Química de Coordinación y Biomateriales", ubicado en el LID 304 (Laboratorios de Investigación y Desarrollo) de la UPCH.
- Las pruebas de adsorción fueron realizadas en el laboratorio de química del departamento de ciencias exactas perteneciente a la Facultad de Ciencias y Filosofía UPCH.

#### 2.2. Método Experimental

#### 2.2.1. Acondicionamiento del biosorbente

Se compraron 4 kg de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney). Los frutos escogidos se encontraban en óptimas condiciones. Posteriormente, estos fueron lavados con agua destilada para eliminar polvo y posibles impurezas superficiales que podrían contener. Posteriormente, se procedió a pelar las frutas manualmente, donde las cáscaras se lavaron nuevamente con agua destilada. Estas fueron dejadas alrededor de 6 h a la intemperie para después trocearlas.

Las cáscaras trozadas se dejaron secar primero a temperatura ambiente durante 1 día. Tras ello, fueron colocadas en la estufa entre 50 °C y 60 °C durante 48 h. Al cabo de ese tiempo, se retiró la muestra y enseguida las cáscaras secas pasaron a ser trituradas utilizando una licuadora.

La muestra triturada recolectada fue llevada a un tamaño de partícula  $< 250 \ \mu m$ usando un tamiz de malla N.º 60 con la finalidad de obtener un polvo fino que luego fue almacenado en un vaso precipitado debidamente rotulado y colocado en el desecador.



**Figura 6.** Obtención de la cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo.

Fuente: Elaboración propia.

2.2.2. Caracterización fisicoquímica del biosorbente

Cada análisis fue realizado por triplicado con el objetivo de obtener datos de mayor confiabilidad.

2.2.2.1. Determinación de la humedad

2.2.2.1.1. En la cáscara de tumbo fresco

En este parámetro la metodología se llevó a cabo modificando algunos parámetros de la AOAC 930.15-2005:

Se colocaron 3 placas Petri en una estufa durante 2 h a 110 °C. Después se enfriaron en un desecador durante 1 h aprox. y se pesaron. Luego se pesaron 10 g de muestra de biosorbente en cada placa Petri. Posteriormente, las placas con la muestra fueron colocadas en una estufa a 50 °C durante 48 h. Al cabo de ese tiempo se retiraron y colocaron en un desecador durante 1 h con 30 min a temperatura ambiente. Finalmente, se pesaron las placas Petri que contenían las muestras secas. Para obtener un peso constante, se colocaron nuevamente en el horno de secado por intervalos de media hora.

Fórmula:

$$\% H = \frac{(P_1 - P_2)}{M} x \, 100$$

Donde:

M: masa inicial del biosorbente (g) P<sub>1</sub>: peso inicial del biosorbente + peso de la placa Petri (g) P<sub>2</sub>: peso final del biosorbente seco + peso de la placa Petri (g)

2.2.2.1.2. En la cáscara de tumbo en polvo

En este ítem la metodología se realizó modificando algunos parámetros de la NTP 205.037-2016:

Se colocaron 3 crisoles vacíos con tapa en la estufa durante 2 h a 110°C. Luego se retiraron y se dejaron secar en el desecador por 1 h con 30 min. Al cabo de ese tiempo, se pesaron en la balanza analítica. Después se agregaron 5 g de biosorbente en polvo (se anotó el peso total) en cada crisol, tapándolos y colocándolos en la estufa a 120 °C  $\pm$  3 °C.
Cuando las muestras alcanzaron dicha temperatura en la estufa, se dejó por 1 h más. Luego se retiraron los crisoles y se dejaron en el desecador durante 1 h con 30 min. Finalmente, al cabo de ese tiempo se pesó la muestra.

Fórmula:

$$\% H = \frac{(P_1 - P_2)}{M} x \ 100$$

Donde:

M: masa inicial del biosorbente (g) P<sub>1</sub>: peso inicial del biosorbente + peso del crisol (g) P<sub>2</sub>: peso final del biosorbente seco + peso del crisol (g)

2.2.2.2. Determinación del pH

Este parámetro se realizó empleando la metodología AOAC 981.12-2005:

Primero pesaron 2 g de biosorbente y se diluyeron en 200 mL de agua destilada en un vaso precipitado de 250 mL. Luego la solución se agitó durante 30 min por medio de un agitador magnético y después de ese tiempo se dejó reposar 30 min adicionales. Finalmente, se introdujo en la solución el electrodo de pH para obtener el valor de pH de la solución.

### 2.2.2.3. Determinación de la acidez titulable

Este parámetro se realizó empleando la metodología AOAC 942.15-2006:

Se disolvieron 0.2 g de biosorbente en 100 mL de agua destilada en un matraz erlenmeyer de 200 mL. Luego se agitó la suspensión durante 2 h en un agitador magnético. Después se filtró la solución con un papel Whatman N.º 41. Posteriormente, se tomó una alícuota de 50 mL del líquido filtrado que fue colocado en un vaso precipitado de 150 mL. Se agregaron 10 gotas del indicador fenolftaleína y se procedió a titular con una solución de NaOH 0.1 N hasta notar un viraje de color (el color grosella debe persistir por lo menos 30 seg).

Finalmente, se anotó el gasto de la solución NaOH 0.1 N.

Fórmula:

$$\% A = \frac{(V \cdot N \cdot Vb \cdot Meq)}{M} x \ 100$$

Donde:

V: volumen gastado de la solución NaOH 0.1 N durante la valoración (mL)
 N: normalidad de la solución NaOH
 Vb: volumen gastado de la solución NaOH en el blanco (mL)
 Meq: constante de miliequivalentes del ácido cítrico
 M: masa de biosorbente (g)

2.2.2.4. Determinación de la densidad

2.2.2.4.1. Determinación de la densidad aparente

Este parámetro se realizó por medio del método que utilizó Tamay A [43]:

Primero se tomó el peso de la probeta vacía en la balanza analítica. Después, esta se llenó con el biosorbente distribuido homogéneamente por todo el material y se procedió a pesar. Por último, se anotó el volumen alcanzado por la muestra en la probeta usada.

Fórmula:

$$\delta A \left(\frac{g}{mL}\right) = \frac{(P_1 - P_2)}{V}$$

Donde:

P1: peso de la probeta + muestra (g)P2: peso de la probeta vacía (g)V: volumen de la probeta que ocupa la masa (mL)

2.2.2.4.2. Determinación de la densidad real

Este parámetro se realizó empleando la metodología que usó Tamay A [43]:

Primero se tomó el peso del picnómetro vacío en la balanza analítica. Después, se llenó con agua destilada hasta el ras y se procedió a pesar. Luego, se pesaron 0.5 g de biosorbente en la balanza analítica.

A continuación, se agregaron los 0.5 g de biosorbente al picnómetro (este debe contener una pequeña cantidad de agua). Seguidamente, se enrasó con agua destilada, de modo que al colocarle la tapa el agua rebosó y el capilar quedó completamente lleno. Luego se secó el exterior del picnómetro con un paño. Finalmente se pesó el picnómetro lleno en la balanza analítica y se anotaron los resultados.

Fórmula:

$$\delta R \left(\frac{g}{mL}\right) = \frac{(M_1 - M_2)}{V}$$

Donde:

M<sub>2</sub>: masa del picnómetro vacío (g)M<sub>1</sub>: masa del picnómetro con el biosorbente (g)V: volumen del picnómetro (mL)

### 2.2.2.5. Determinación de la porosidad

Este parámetro se realizó por medio del método que utilizó Tamay A [43]:

Para calcular la porosidad se tomaron en cuenta los datos de las dos densidades: real y aparente, que fueron reemplazados en la siguiente ecuación:

$$\epsilon = \frac{\delta R - \delta A}{\delta R}$$

Donde:

δ R: Densidad Real

### δ A: Densidad Aparente

2.2.2.6. Determinación de la capacidad de intercambio catiónico

Este parámetro se realizó por medio del método que utilizó Tamay A [43]:

Se pesaron 0.2 g de biosorbente y se sumergieron en 80 mL de una solución de HCl 2 N durante 24 h. Al cabo de ese tiempo, la solución se centrifugó a 2000 rpm a lo largo de 5 min. Luego se filtró y el líquido filtrado se enjuagó con 100 mL de una solución saturada de NaCl. Después, a 20 mL de muestra tomada se le agregaron 10 gotas del indicador fenolftaleína.

Finalmente, se valoró con una solución de NaOH 1 N hasta notar un color ligeramente morado en la solución.

Fórmula:

$$CIC \ \left(\frac{Meq.}{100 \ g}\right) = \frac{(Vol. \ m - Vol. \ b)x \ N}{P}$$

Donde:

Vol. m : volumen gastado de la solución NaOH 1N en la valoración (mL)
Vol. b : volumen gastado de la solución NaOH 1N en el blanco (mL)
N: normalidad de la solución de NaOH
P: peso del biosorbente (g)

2.2.3. Caracterización Instrumental del biosorbente

2.2.3.1. FT-IR

La Espectrometría Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) permite reconocer a los diferentes grupos funcionales del biosorbente utilizado que participarán en el proceso de adsorción [27].

Para ello, se trabajó con un equipo Thermo Scientific Nicolet iS10. Entonces, se tomaron 0.1 g de muestra que luego, con la ayuda de una prensa se formó una pastilla que posteriormente fue analizada a un barrido espectral entre 500 y 4000 cm<sup>-1</sup>.

2.2.4. Cuantificación del adsorbato

2.2.4.1. Espectroscopía por Absorción Atómica (EAA)

En este método, los átomos de la muestra a analizar absorben la luz irradiada que incide sobre ellos con una longitud de onda conocida, por medio de una lámpara. Este acto es proporcional con la concentración del ion metálico que se está analizando [28].

La muestra fue atomizada gracias a una flama, por esta razón se usó un Equipo de Absorción Atómica por Flama para calcular la concentración de plomo (II) al finalizar el proceso de biosorción.

### 2.2.4.2. Condiciones instrumentales

Para construir la curva de calibración y analizar el plomo (II) por Absorción Atómica se plantearon las siguientes condiciones instrumentales:

•	Lámpara	Cátodo Hueco de Pb
•	Longitud de Onda	283.31 nm
•	Corriente de Lámpara	10 mA
•	Oxidante	Aire
•	Combustible	Acetileno
•	Slit	0.7 nm
•	Límite de detección	0.02 mg/L
•	Límite de cuantificación	0.18 mg/L
•	Sensibilidad	8 mg/L

2.2.4.3. Curva de calibración

**Tabla 7.**Curva de calibración para el plomo (II).

Concentración (ppm)	Absorbancia (U.A)
0	0.0000
5	0.0997
10	0.1009
20	0.3555

Fuente. Elaboración propia.

2.2.5. Ensayos de adsorción para el plomo (II)

Todas las pruebas fueron realizadas a temperatura ambiente entre los 25 y 27 °C.

### 2.2.5.1. Delimitación del pH óptimo

Para establecer el pH óptimo de la biosorción primero se pesaron 0.2 g de cáscara de tumbo en polvo y se disolvieron en 100 mL de una solución buffer de ácido acéticoacetato de sodio (CH<sub>3</sub>COOH / CH<sub>3</sub>COONa 0.01 M). Las soluciones buffer con las que se trabajó fueron soluciones con valores de pH de 2.5, 3, 4, 4.5, 5 y 6.

En total se obtuvieron 6 soluciones, a las cuales cuando fueron colocadas en agitación, se les agregó 1 mL de la disolución de 1000 ppm de plomo (II) previamente preparada. Es decir, cada solución contenía 10 ppm de Pb<sup>2+</sup>. Al cabo de 24 h de agitación, las soluciones fueron filtradas y los líquidos filtrados fueron analizados por Absorción Atómica.

### 2.2.5.2. Delimitación del tiempo de contacto óptimo

Para ello, se distribuyeron 500 mL de buffer a pH 4 (CH<sub>3</sub>COOH / CH<sub>3</sub>COONa 0.01 M) en 5 matraces erlenmeyer de manera proporcional. Después, se agregaron 0.2 g de cáscara de tumbo en polvo y se agitaron las mezclas.

Posteriormente, se procedió a añadir 1 mL de la solución de 1000 ppm de plomo (II). Luego, cada matraz fue colocado en agitación durante 20 min, 1 h, 3 h, 12 h y 24 h. Terminado los tiempos, se filtraron las soluciones y los líquidos filtrados fueron analizados por Absorción Atómica para obtener los datos de las concentraciones en el equilibrio.

### 2.2.5.3. Delimitación del peso óptimo

Se colocaron en 4 matraces erlenmeyer 100 mL de buffer a pH 4 (CH<sub>3</sub>COOH / CH<sub>3</sub>COONa 0.01 M) y se agregaron 0.2 g de cáscara de tumbo en polvo a cada matraz, se agitaron las soluciones y se procedió a agregar 1 mL, 5 mL, 10 mL y 20 mL de la solución de 1000 ppm de plomo (II). Es decir, las soluciones preparadas fueron de 10 ppm, 50 ppm, 100 ppm y 200 ppm respectivamente.

Al cabo de 24 h de agitación con una velocidad de agitación constante, las soluciones fueron filtradas. Los líquidos filtrados entonces se analizaron por Absorción Atómica para hallar la concentración de plomo (II) en cada muestra. Cabe destacar que, este procedimiento también se realizó para 0.5 g y 0.1 g de masa de biosorbente.

### 2.2.5.4. Delimitación del efecto de concentración

Para obtener cada isoterma de adsorción primero se estableció la capacidad de adsorción a distintas concentraciones de plomo (II). Para ello, del experimento anterior se concluyó que la masa óptima de biosorbente fue de 0.2 g.

Por esta razón, se colocaron en 4 matraces erlenmeyer 100 mL de buffer a pH 4 (CH<sub>3</sub>COOH / CH<sub>3</sub>COONa 0.01M), se agregó 0.2 g de cáscara de tumbo en polvo y 1 mL, 5 mL, 10 mL y 20 mL de la solución de 1000 ppm de plomo (II) a cada matraz agitándolos suavemente. Es decir, las soluciones preparadas fueron de 10 ppm, 50 ppm, 100 ppm y 200 ppm respectivamente.

Al cabo de 24 h de agitación con una velocidad de agitación constante, las soluciones fueron filtradas. Los líquidos filtrados entonces se analizaron por Absorción Atómica para determinar la concentración de plomo (II) en cada muestra. Con esta información se construyeron isotermas de adsorción y mediante fórmulas se realizaron los cálculos de la capacidad de adsorción en el equilibrio. Finalmente, estos datos fueron reemplazados en las fórmulas para modelar las isotermas de Langmuir y Freundlich.

<u>NOTA</u>: Se realizaron blancos para medir el impacto del pH y pruebas de repetibilidad para el mismo parámetro con el buffer (CH<sub>3</sub>COOH / CH<sub>3</sub>COONa 0.01 M) manteniendo iguales los valores de pH trabajados, la misma concentración de plomo (II) de 10 ppm, masa de biosorbente de 0.2 g y 3 h de tiempo de agitación a T.A.

### 2.2.6. Tratamiento de los datos obtenidos

Todos los valores conseguidos a lo largo de los experimentos de adsorción fueron evaluados mediante el uso del programa ofimático Excel, con la finalidad de construir gráficas, interpretarlas y por último discutirlas.

# **3. RESULTADOS**

- 3.1. Análisis de la cáscara de tumbo en polvo
  - 3.1.1. Análisis Fisicoquímicos

En este proyecto no se realizó la prueba de tamizaje debido a que diversos autores citan que el tamaño de partícula óptimo de un biosorbente orgánico se encuentra entre los  $212 \ \mu m \ y \ 250 \ \mu m$ .

Por esta razón, se trabajó con una masa de partículas  $< 250 \,\mu m$  utilizando un tamiz de malla N.º 60, ver Figura 7.



**Figura 7.** Al centro, masa de biosorbente acumulada y a la derecha, masa de tamaño de partículas menores a 250 µm con la que se trabajó en los análisis posteriores.

Fuente: Autoría propia.

Los resultados de los análisis fisicoquímicos realizados al biosorbente se pueden visualizar en la Tabla 8.

Tabla 8.	Parámetros	fisicoquímicos	de la	cáscara	de tumbo	(Passiflora	tarminiana
Coppens & Ba	arney).						

Parámetros	Cantidades
Humedad de la cáscara en polvo	5.99 %
Humedad de la cáscara fresca	79.69 %
pH	4.75
Densidad Real	0.9308 g/mL
Densidad Aparente	0.4458 g/mL
Porosidad	52.11 %
Intercambio catiónico	199.70
Acidez Titulable	0.24 %

Fuente: Elaboración propia.

### 3.1.2. Análisis Instrumental

El análisis por Infrarrojo arrojó el siguiente gráfico:



Figura 8.Espectro Infrarrojo obtenido de la cáscara de tumbo (Passiflora tarminianaCoppens & Barney) antes de iniciar el proceso de biosorción.

La finalidad de este análisis fue identificar a los grupos funcionales orgánicos del biosorbente que participaron en el proceso de adsorción (**Anexo 3**); así como reconocer los grupos funcionales presentes en la matriz de la cáscara de tumbo.

### 3.2. Ensayos de adsorción para el plomo (II)

### 3.2.1. Delimitación del pH óptimo

Tal como se aprecia en la **Figura 9**, se deduce que la biosorción alcanza un porcentaje de remoción alto del 93.43 % a un pH óptimo de 4, es decir que a ese valor se ha removido la mayor cantidad de iones  $Pb^{2+}$ .

Algo similar se deduce de la **Figura 10**, a pH 4 se alcanza gran capacidad de adsorción del plomo (II) usando la cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo, cuyo valor es de 4.672 mg/g.



**Figura 9.** Valores de pH trabajados en la biosorción del plomo (II) <u>vs</u> el porcentaje de remoción alcanzado en soluciones de 10 ppm del metal estudiado, a una masa de 0.2 g de cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo y 24 h de agitación a T.A.



**Figura 10.** Valores de pH trabajados en la biosorción del plomo (II) en soluciones de 10 ppm del metal estudiado, una masa de 0.2 g de cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo <u>vs</u> la capacidad máxima de adsorción alcanzada durante 24 h de agitación a T.A.

Fuente: Autoría propia.



3.2.2. Delimitación del tiempo óptimo

**Figura 11.** Valores de los tiempos de contacto en la biosorción del plomo (II) en soluciones de pH 4 con concentraciones de 10 ppm del metal estudiado y 0.2 g de cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo <u>vs</u> los porcentajes de remoción alcanzados a T.A.



**Figura 12.** Valores de los tiempos de contacto en la biosorción de plomo (II) en un medio acuoso de pH 4 con concentraciones de 10 ppm del metal estudiado y 0.2 g de cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo <u>vs</u> las capacidades máximas de adsorción a T.A.

Fuente: Autoría propia.

De la **Figura 11**, se deduce que durante las 3 primeras horas de agitación se ha alcanzado un alto porcentaje de remoción del 93.99 %. Es decir, se visualizó que la tasa de eliminación del plomo (II) aumentó entre los primeros 20 y 180 min. Por encima de estos valores, los porcentajes de remoción se mantienen casi constantes. Algo parecido ocurre con la máxima capacidad de adsorción alcanzada en las 3 primeras horas de tiempo de contacto ( $q_{máx} = 4.70 \text{ mg/g}$ ), ver **Figura 12**.

#### 3.2.3. Delimitación del peso óptimo



Figura 13. Isoterma de adsorción del plomo (II) a diferentes masas de cáscara de tumbo (Passiflora tarminiana Coppens & Barney) en polvo y diferentes concentraciones de adsorbato a pH 4 y T.A.

94.36 92,96 100 93.56 91.92 90.17 93.43 88.74 73.50 80 81.82 % Remoción 60 54.74 52.54 40 39.75

Fuente: Autoría propia.



Figura 14. Porcentajes de remoción alcanzados a diferentes masas de cáscara de tumbo (Passiflora tarminiana Coppens & Barney) en polvo, diferentes concentraciones de plomo (II) en soluciones a pH 4 y 3 h de agitación a T.A.

La **Figura 13**, muestra la capacidad máxima de adsorción que alcanza la cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo a diferentes masas y concentraciones de plomo (II). Se puede observar que al incrementarse la masa de biosorbente, la capacidad de adsorción disminuye. Asimismo, se visualiza que a una masa fija de biosorbente, la capacidad de adsorción se incrementa cuando la concentración de los iones Pb<sup>2+</sup> en solución también se incrementa. Por otro lado, según la **Figura 14**, la máxima remoción del plomo (II) alcanzada es del 94.36 % usando una masa de biosorbente de 0.2 g y una concentración inicial de plomo (II) en solución de 5 ppm. Mientras que el mínimo porcentaje de remoción corresponde a 39.75 % a una masa de 0.1 g de biosorbente y una concentración inicial de plomo (II) en solución de 100 ppm.



3.2.4. Delimitación del efecto de concentración

Figura 15. Isoterma de adsorción para el plomo (II).

Fuente: Autoría propia.

Para esta isoterma se usó como condiciones pH óptimo, masa óptima de biosorbente, tiempo óptimo de contacto <u>vs</u> la concentración final del plomo (II) en solución.

3.3. Estudio del proceso de biosorción mediante el uso de dos modelos de isotermas: Langmuir y Freundlich.

# • Isoterma de Langmuir

Tabla 9.Resultados de la biosorción de plomo (II) al aplicar la isoterma deLangmuir.

Ci (mg/L)	Cf (mg/L)	qe (mg/g)	RL
1	0.08	0.4505	0.9166
2	0.13	0.9150	0.8460
5	0.28	2.2803	0.6873
10	0.66	4.5266	0.5236
20	2.06	8.9047	0.3546
50	13.25	18.2745	0.1802
100	45.27	26.7130	0.0990
200	106.24	45.4944	0.0521

# Fuente: Autoría propia.

De estos datos, se obtuvo la siguiente gráfica:



**Figura 16.** Linealización del modelo de Langmuir en la adsorción del plomo (II) a partir de la isoterma obtenida en la **Figura 15**.

La ecuación de la recta se reemplazó en la *ecuación* (5) obteniendo:

Biosorbente	<b>Q</b> máx.	Kc	<b>R</b> <sup>2</sup>
Cáscara de tumbo en polvo	45.8716 mg/g	0.0910	0.9315

# • Isoterma de Freundlich

Tabla 10.Resultados de la biosorción del plomo (II) al aplicar la isoterma deFreundlich.

Ci (mg/L)	Cf (mg/L)	qe (mg/g)
1	0.08	0.4505
2	0.13	0.9150
5	0.28	2.2803
10	0.66	4.5266
20	2.06	8.9047
50	13.25	18.2745
100	45.27	26.7130
200	106.24	45.4944

Fuente: Autoría propia.

De estos datos se obtuvo la siguiente gráfica:



**Figura 17.** Linealización del modelo de Freundlich en la adsorción del plomo (II) a partir de la isoterma obtenida en la **Figura 15.** 

Fuente: Autoría propia.

La ecuación de la recta se reemplazó en la ecuación (8) obteniendo:

Biosorbente	Kf	n	1/n
Cáscara de tumbo en polvo	$3.6584 (mg/g).(L/mg)^{1/n}$	1.7027	0.5873

# 4. DISCUSIÓN

• Análisis fisicoquímicos

Un trabajo realizado en el 2021 y 2019 reportaron que la pulpa y semillas del tumbo fresco contenían 82.41 % y 82.41 % de humedad respectivamente. En este proyecto la humedad de la cáscara de tumbo es de 79.69 %, indicando que la parte comestible del fruto es la que más moléculas de agua contiene [44,45].

La humedad es un parámetro importante porque de tener un valor alto, la biomasa utilizada, no sería catalogada como un buen biosorbente porque el agua incita la proliferación de ciertos microrganismos, por lo que su descomposición sería rápida generando que su capacidad de biosorción se vea afectada. En base a ello, la cáscara de tumbo tiene una mayor ventaja sobre las semillas y la pulpa para ser elegido como biosorbente en un proceso de biosorción. La porosidad indica la cantidad de volumen que puede estar vacía u ocupada por el aire. Se ha encontrado una relación entre la humedad y la porosidad; es decir, si la porosidad aumenta la humedad disminuye [46]. Esto ocurre porque los poros que contienen moléculas de agua quedan vacíos gracias a que el agua ha logrado evaporarse fácilmente. Por ende, si hay una mayor cantidad de espacios vacíos, gran cantidad de agua se ha perdido y la humedad conceptualmente expresa la cantidad de agua que posee un material sólido.

También se debe mencionar que a menor porosidad la densidad es mayor; ya que una menor cantidad de poros vacíos permite que las partículas de biosorbente queden en mayor cantidad al momento de ser colocadas en la probeta o el picnómetro. La densidad aparente se calcula en base al volumen de la biomasa incluyendo los poros que pueda contener.

La densidad aparente del biosorbente propuesto fue de 0.4458 g/mL. Es importante considerar este parámetro porque permite conocer la magnitud del empaquetamiento de las partículas de biosorbente al interior de un material. Además, si se desea llevar la técnica a escala industrial (tal como lo es un proceso continuo), un valor alto de la densidad aparente permite una alta cantidad de biosorbente empaquetada en columna y mientras más alto sea el lecho, garantiza un proceso de adsorción óptimo [15].

El pH mide la cantidad de iones hidrógeno que están libres en un medio acuoso diluido. Es un parámetro muy importante en la biosorción que por lo general a valores bajos favorece el proceso. Según los resultados, la cáscara de tumbo tiene un pH de 4.75, mientras que anteriormente se reportó para el extracto de tumbo un pH de 3.43 [44].

Respecto a la acidez titulable, esta resultó para la cáscara de tumbo 0.24 % expresado en función al ácido cítrico. Si comparamos este valor con los obtenidos en trabajos del 2021 (7.64 %) para la pulpa del tumbo y 2019 (3.42 %) para las semillas, se nota una gran diferencia [44,45]. Esto indicaría que en la cáscara de tumbo hay una menor presencia de ácidos orgánicos libres, ya que, la acidez titulable es la cantidad de iones hidrógeno totales que pueden ser liberados en la solución.

Finalmente, la capacidad de intercambio catiónico (C.I.C) mide la cantidad en que los cationes pueden ser retenidos por un material adsorbente.

La C.I.C de la cáscara de tumbo es de 199.70 Meq/100 g de biosorbente, que al ser comparado con los valores de la **Tabla 11** se encuentra casi cerca al rango descrito para la zeolita, el cual es un material muy utilizado en filtraciones caseras de agua potable porque se encarga de atrapar a los iones calcio y magnesio [12,47].

**Tabla 11.**Capacidades de Intercambio Catiónico (C.I.C) de materialesconvencionales usados para la adsorción de metales pesados.

Materiales Convencionales	C.I.C (Meq/100 g)
Arena	5 a 10
Zeolita	191 a 194
Bentonita	89
Óxidos e hidróxidos de Al y Fe	4
Turba carbonizada	25
Materia Orgánica	100 a 400
Caolinita (Arcilla)	14,8
Cenizas de turba molida	200

Fuente: Adaptado de Castillo E, Mondelo F, Alí L, et al. (47),(48).

• Análisis Instrumentales

Del espectro IR (ver **Figura 8**), el pico más representativo es el de 3312.44 cm<sup>-1</sup>, indicando la existencia de grupos funcionales OH que podrían indicar la presencia de grupos R-OH o R-COOH, ya que una banda ancha está formada entre los 3200.00 cm<sup>-1</sup> y 3400.00 cm<sup>-1</sup>. También, el pico en 1727.93 cm<sup>-1</sup> afirma que hay grupos carbonilo C=O. Asimismo, el pico en 2916.63 cm<sup>-1</sup> es propio de los enlaces C-H de los grupos metilo, donde los carbonos son sp<sup>3</sup> (-CH<sub>3</sub>).

Esta descripción se asemeja a un reporte en el que se caracterizó a la pectina de la mandarina. Se demostró que el pico en 1744.69 cm<sup>-1</sup>era propio de la vibración del enlace carbonilo (C=O) del polisacárido, concretamente de la pectina, ver **Figura 18**. Mientras que los picos en 2926.14 cm<sup>-1</sup> y 2859.59 cm<sup>-1</sup> correspondían al estiramiento C-H de los grupos CH-R, CH<sub>2</sub>-R y CH<sub>3</sub>-R presentes en los anillos de los azúcares, ver **Figura 4** [49].



Figura 18. Espectro infrarrojo de la pectina de la cáscara de mandarina.

Fuente: Adaptado de Firdaus M, et al [49].

Asimismo, otra investigación reveló que, al estudiar el espectro de la pectina extraída del limón, la banda de absorción en 1745 cm<sup>-1</sup> corresponde al enlace C=O del grupo carbonilo del éster metílico (COOCH<sub>3</sub>) y del ácido carboxílico no esterificado (COOH) que son grupos presentes en la pectina, ver **Figura 4**. Mientras que la banda en 1610 cm<sup>-1</sup> corresponde a la vibración del estiramiento del grupo carbonilo del ion carboxilato (COO<sup>-</sup>), ver **Figura 19** [50]. Por ende, se confirmaría la presencia de la pectina en la cáscara de tumbo seca.



Figura 19. Espectro infrarrojo de la pectina extraída de la cáscara del limón.

Fuente: Adaptado de Demir D, et al [50].

Por otro lado, al observar la **Figura 8**, los picos en 1605.61 cm<sup>-1</sup>, 1370.30 cm<sup>-1</sup> y 1018.16 cm<sup>-1</sup> corresponden al estiramiento del enlace C=C de un alqueno, a la vibración del enlace C-O de un grupo éster y a un enlace del tipo éter (-C-O-C-) respectivamente. Estos datos obtenidos se asemejan al espectro IR, ver **Figura 20**, reportado en una investigación en la que se estudió la cáscara seca de la naranja como biosorbente.



Figura 20. Espectro infrarrojo de la pectina de la cáscara de naranja seca.

Fuente: Adaptado de Zapata B, et al [51].

Básicamente, se observó que la banda más intensa se debe a una gran cantidad de grupos O-H propios de los carbohidratos y la lignina. Asimismo, el pico en 1045 cm<sup>-1</sup> se atribuía a los enlaces C-O-H o C-O-R (propios de alcoholes o ésteres) mientras que el pico en 2925 cm<sup>-1</sup>, a la vibración de estiramiento C-H propias de las cadenas alifáticas (-CH<sub>2</sub> y –CH<sub>3</sub>) que forman parte de la estructura básica los materiales lignocelulósicos mencionados. Finalmente, el pico alrededor de 1617 cm<sup>-1</sup> se le atribuyó a los compuestos alifáticos y/o aromáticos insaturados. El espectro presentaba bandas características de la celulosa y lignina [51].

Por esta razón, también se estaría confirmando, adicionalmente, la presencia de estos dos carbohidratos en la cáscara de tumbo seca. No obstante, se debe considerar que no son los únicos poliméricos, pero sí los más resaltantes.

La literatura indica que el ion Pb<sup>2+</sup> forma enlaces de coordinación con aquellos grupos funcionales que contengan átomos de oxígeno, nitrógeno y azufre. Según el **Anexo 3** se visualiza una gran cantidad de grupos hidroxilos que actúan como ligandos y garantizan la eliminación de los iones Pb<sup>2+</sup> gracias a que funcionan como sitios de unión.

Recordemos que la presencia de grupos cargados negativamente podría adsorber de manera efectiva los iones Pb<sup>2+</sup> dando como resultado una mejor eliminación. Sin embargo, la presencia del grupo carbonilo no es tan notoria debido a la baja intensidad del pico en 1700 cm<sup>-1</sup>. Además, se conoce que los grupos carboxilos son más ácidos que los hidroxilos y al estar en pequeña proporción en la biomasa, es de esperarse que la acidez de la cáscara sea baja, lo cual se corrobora con el porcentaje de acidez titulable (0.96 %) obtenido.

• Pruebas de adsorción para el plomo (II)

El pH del medio acuoso influye en los estados de agregación de los iones metálicos afectando su disponibilidad de unirse al biosorbente. Durante el proceso de biosorción se deben evitar valores altos de pH, porque el ion metálico puede disminuir su solubilidad y precipitar, ya que según el diagrama de Pourbaix del plomo, el ion Pb<sup>2+</sup> prevalece en una solución hasta un pH de 7 y por encima de este último valor tenderá a precipitar como hidróxido de plomo (ver **Figura 21**) [52].

En la **Figura 9**, el menor porcentaje de remoción 59.10 % se alcanza a pH 6 deduciendo que posiblemente hubo una menor interacción entre los iones  $Pb^{2+}$  y el biosorbente, porque de pH 4 a pH 5 se mantiene una disminución del porcentaje de remoción casi constante. En el caso de las pruebas de repetibilidad se observó una disminución notoria del % remoción de pH 4 a pH 6, teniendo este último un valor del 72.52% (ver **Anexo N.º 4**). La posible explicación radica en los tiempos de agitación debido a que, en 24 h el biosorbente pudo haberse saturado y los iones  $Pb^{2+}$  sufren una desorción, aumentando su concentración en la solución y por ende disminuye su porcentaje de remoción.

En cuanto a valores de pH ácidos, se debe considerar que a pH menores a 2 (pH < 2.5), los iones Pb<sup>2+</sup> compiten con los iones hidrógeno (H<sup>+</sup>) por los sitios libres presentes en la pared celular del biosorbente [52].



Figura 21. Diagrama de Pourbaix para el plomo.

Fuente: Adaptado de Química Inorgánica Ambiental [53].

Además, los grupos orgánicos de la superficie del biosorbente como los carboxilos, hidroxilos, fosfatos, sulfatos y aminos estarían cargados positivamente (cargas electrostáticas) de tal manera que los iones Pb<sup>2+</sup> no podrían acercarse debido a las fuerzas de repulsión. Esto claramente se aprecia en las pruebas de repetibilidad donde a pH 2,5 se obtuvo el más bajo porcentaje de remoción del 60.84% (ver **Anexo N.º 4**).

En la **Figura 10**, se puede apreciar que la capacidad de biosorción incrementa cuando el pH del medio acuoso también incrementa en el rango de pH de 2.5 a 4, alcanzándose la máxima capacidad de adsorción ( $q_{máx} = 4.672 \text{ mg/g}$ ) a pH 4. En este rango de pH, los iones hidrógeno han disminuido en cantidad, por lo tanto, los grupos funcionales carboxilos e hidroxilos cargados negativamente están libres y expuestos para atraer a los iones Pb<sup>2+</sup> cargados positivamente libres en solución, formando complejos Pb-superficie que resultan en una mayor adsorción. Esto se comprobó en las pruebas de repetibilidad ya que, la máxima capacidad de adsorción alcanzada fue de  $q_{máx} = 4.668 \text{ mg/g}$  a pH 4 (ver **Anexo N.º 4**).

Tres horas, fue el tiempo óptimo para alcanzar el equilibrio de biosorción, debido a que se alcanza una capacidad máxima del 4,699 mg/g con una remoción del 93.99 %. La explicación radica en que, al llegar a la meseta formada en el gráfico (**Figura 15**), los

centros activos ubicados en la superficie de la cáscara del tumbo están muy saturados; así que a pesar de que los adsorbatos en exceso sigan rozando a los sitios activos no lograrán adherirse.

El tamaño de partícula del biosorbente es un factor fundamental en el proceso de biosorción. Si las partículas son de tamaño pequeño el área superficial será mayor al igual que la C.I.C, generando una mayor disponibilidad de sitios activos para que los iones metálicos acceden fácilmente a ellos; por lo tanto, la capacidad de retención del plomo (II) será mayor [54].

Para determina la masa óptima de biosorbente, de la **Figura 14**, los porcentajes de remoción del plomo (II) son altos para valores de 0.2 g y 0.5 g de biomasa, sin embargo, tomando en consideración la capacidad máxima de adsorción ( $q_{máx.}$ ) cuyo valor es alto para masas de 0.1 g y 0.2 g de biosorbente (ver **Figura 13**), se puede considerar que la masa óptima de cáscara de tumbo en polvo para trabajar las isotermas de adsorción es de 0.2 g.

Con todos los parámetros óptimos se construyó una isoterma para el plomo (II) siendo de tipo exponencial (tipo L) sin meseta; la cual, según la **Figura 3**, es favorable para el proceso de adsorción, resultando como  $q_{máx}$  un valor de 45.49 mg/g (ver **Tabla 8**).

Una isoterma tipo L es muy semejante a una isoterma de Langmuir indicando que la relación entre la cantidad de iones metálicos remanentes en el medio acuoso y la cantidad de iones metálicos adsorbidos por el biosorbente disminuye cuando se incrementa la concentración en equilibrio de los adsorbatos en solución formándose una especie de curva cóncava y saturándose progresivamente el sólido [15]. Como la curva no tiene meseta se infiere que la cáscara de tumbo no tiene un límite claro de su capacidad de adsorción por lo que tiende a irse para arriba, **Figura 15**.

• Modelos de Isotermas de Langmuir y Freundlich

Según la **Figura 16** el modelo de Langmuir reproduce los resultados obtenidos de manera aceptable debido al valor del  $R_L$  que se encuentra entre 0 y 1, por lo que se afirma que el proceso de adsorción puede darse en una monocapa con sitios de unión distribuidos de manera homogénea y sin interacción alguna entre los adsorbatos que están sobre la superficie del biosorbente.

De este modelo también se deduce que las fuerzas de interacción predominantes entre los iones Pb<sup>2+</sup> y la superficie de la cáscara de tumbo son las fuerzas electrostáticas o de Van der Waals.

Esto nos da entender que con 0.2 g de cáscara de tumbo en polvo se alcanza una capacidad máxima de adsorción ( $q_{máx}$ .) de 45.49 mg/g bajo condiciones de interacción con el plomo (II) como el tiempo de agitación de 180 minutos y un pH de 4 alcanzado una remoción del 46.88 % (ver **Anexo 8**).

Por otro lado, la **Figura 17** muestra que la isoterma de Freundlich no reproduce los datos de manera aceptable debido a que el valor de 1/n (0.59) no se encuentra entre 1 y 10, desfavoreciendo al proceso de biosorción, debido a que 1/n es un constante adimensional que indica la intensidad de la adsorción.

# 5. CONCLUSIONES

- La técnica FT-IR permitió identificar en la cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) principalmente a los grupos hidroxilos, carbonilos y sustituyentes alquílicos.
- Se demostró que 4 es el pH óptimo de biosorción para el plomo (II) usando la cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo, logrando un máximo porcentaje de remoción del 93.43 %.
- El tiempo de contacto óptimo entre el biosorbente y el plomo (II) es de 3 horas, debido a que en este intervalo de tiempo se alcanzó el mayor porcentaje de remoción que fue del 93.99 %.
- Para obtener una buena biosorción, la masa óptima de la cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo es de 0.2 g con partículas de tamaño menores a los 250 µm, alcanzando un máximo porcentaje de remoción del 93.43 %.
- De los tratamientos matemáticos realizados a los valores conseguidos, el modelo de Langmuir, con un R<sup>2</sup> cercano a 1, es el que mejor representa al proceso de biosorción porque logra una capacidad máxima del 45.87 mg/g.

# 6. RECOMENDACIONES

- Se recomienda extraer la pectina de la cáscara de tumbo y trabajar con ella en procesos de biosorción de metales pesados con el objetivo de comparar los valores de los porcentajes de remoción.
- Realizar pruebas de desorción de la cáscara de tumbo para analizar la posible reutilización de este tipo de biomasa.
- Se sugiere trabajar con una muestra real, ya sea de efluentes industriales, aguas superficiales, aguas domésticas, etc.

# 7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1. Bralower T, Bice D. Distribution of Water on the Earth's Surface [Internet]. College of Earth and Mineral Science, The Pennsylvania State University. 2014 [cited 2022 May 10]. p. 1–2. Available from: https://www.e-education.psu.edu/earth103/node/701
- 2. Freshwater Availability [Internet]. Earthdata. 2021 [cited 2022 May 10]. Available from: https://earthdata.nasa.gov/learn/toolkits/freshwater-availability
- 3. Chai WS, Cheun JY, Kumar PS, Mubashir M, Majeed Z, Banat F, et al. A review on conventional and novel materials towards heavy metal adsorption in wastewater treatment application. Vol. 296, Journal of Cleaner Production. Elsevier; 2021.
- 4. Lead poisoning [Internet]. World Health Organization. 2021 [cited 2022 Apr 18]. Available from: https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/lead-poisoningand-health
- 5. Hama Aziz KH, Mustafa FS, Omer KM, Hama S, Hamarawf RF, Rahman KO. Heavy metal pollution in the aquatic environment: efficient and low-cost removal approaches to eliminate their toxicity: a review. RSC Adv [Internet]. 2023;13(26):17595–610. Available from: http://xlink.rsc.org/?DOI=D3RA00723E
- 6. Shrestha R, Ban S, Devkota S, Sharma S, Joshi R, Tiwari AP, et al. Technological trends in heavy metals removal from industrial wastewater: A review. Vol. 9, Journal of Environmental Chemical Engineering. Elsevier; 2021.
- Kanamarlapudi SLRK, Chintalpudi VK, Muddada S. Application of Biosorption for Removal of Heavy Metals from Wastewater. In: Biosorption. InTech; 2018. p. 70– 101.
- Abbar B, Alem A, Marcotte S, Pantet A, Ahfir ND, Bizet L, et al. Experimental investigation on removal of heavy metals (Cu2+, Pb2+, and Zn2+) from aqueous solution by flax fibres. Process Saf Environ Prot [Internet]. 2017 Jul 1 [cited 2023 Jan 15];109:639–47. Available from:

https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0957582017301751

- Ghaedi M. Adsorption: Fundamental Processes and Applications [Internet]. Mehrorang G, editor. Vol. 33, Adsorption: Fundamental Processes and Applications. 2021. 2–713 p. Available from: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780128188057000011
- Thomas WJ, Crittenden B. Fundamentals of adsorption equilibria. In: Adsorption Technology & Design [Internet]. Elsevier; 1998 [cited 2023 Jan 15]. p. 31–65. Available https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780750619592500045
- P. Atkins and J. d. PAula. Chapter 25. Processes at solid surfaces. In: Physical Chemistry, Eighth edition [Internet]. 8 ava. 2006 [cited 2023 Jan 15]. p. 916–22. Available from: https://www.rnlkwc.ac.in/pdf/study-material/chemistry/Peter\_Atkins\_Julio\_de\_Paula\_Physical\_Chemistry\_1\_.pdf
- Crittenden J, Trussell R, Hand D, Howe K, Tchobanoglous G. Adsorption. In: John Wiley & Sons, editor. MWH's Water Treatment [Internet]. 3era ed. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc.; 2012. p. 1117–262. Available from: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/9781118131473.ch15
- 13. Vahabisani A, An C. Use of biomass-derived adsorbents for the removal of petroleum pollutants from water: a mini-review. Environ Syst Res. 2021 Dec 7;10(1):25.
- Liu Y, Wang J. Fundamentals and applications of biosorption isotherms, kinetics and thermodynamics. Liu Y, Wang J, editors. Fundamentals and Applications of Biosorption Isotherms, Kinetics and Thermodynamics. Hauppauge: Nova Science Publishers; 2009. 1–294 p.
- 15. Çeçen F, Aktaş Ö. Activated Carbon for Water and Wastewater Treatment: Integration of Adsorption and Biological Treatment. John Wiley & Sons, editor. Activated Carbon for Water and Wastewater Treatment: Integration of Adsorption and Biological Treatment. Weinheim; 2011.
- 16. Li C, Yu Y, Fang A, Feng D, Du M, Tang A, et al. Insight into biosorption of heavy metals by extracellular polymer substances and the improvement of the efficacy: a review. Lett Appl Microbiol [Internet]. 2022 Nov 1;75(5):1064–73. Available from: http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/34562275
- 17. Kartel MT, Kupchik LA, Veisov BK. Evaluation of pectin binding of heavy metal ions in aqueous solutions. Chemosphere. 1999;38(11):2591–6.
- 18. Sriamornsak P. Chemistry of Pectin and Its Pharmaceutical Uses : A Review. Silpakorn Univ Int J. 2003;3:206–8.
- Rios L, Arias F. Inmovilización de pectinasas y / o celulasas y determinación de algunos de sus efectos en el jugo de guayaba. Universidad Nacional de Colombia; 2002.
- 20. Zhexenbay N, Akhmetsadykova S, Nabiyeva Z, Kizatova M, Iskakova G. Using Pectin as Heavy Metals Detoxification Agent to Reduce Environmental Contamination and health risks. Procedia Environ Sci Eng Manag. 2020;7(4):551–

62.

- 21. Dhakal RP, Ghimire KN, Inoue K. Adsorptive separation of heavy metals from an aquatic environment using orange waste. Hydrometallurgy. 2005;79(3–4):182–90.
- 22. Celus M, Kyomugasho C, Van Loey AM, Grauwet T, Hendrickx ME. Influence of Pectin Structural Properties on Interactions with Divalent Cations and Its Associated Functionalities. Compr Rev Food Sci Food Saf. 2018;17(6):1576–94.
- 23. Rodríguez-Heredia D. Intoxicación ocupacional por metales pesados. Medisan [Internet]. 2017;21(12):3372–85. Available from: http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci\_arttext&pid=S1029-30192017001200012
- 24. Moreto P, Moran J. Análisis de aceptabilidad sensorial y calidad de una cerveza artesanal elaborada con zumo dosificado del fruto de Passiflora tripartita Kunth var. mollissima (tumbo serrano). Universidad Inca Garcilazo de la Vega; 2020.
- 25. Lliuyacc R. " EFECTO DE LA TEMPERATURA , TIEMPO Y pH EN EL RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN DE PECTINA EN CÁSCARA DE TUMBO SERRANO (Passiflora tripartita L .)". Universidad Nacional De Huancavelica; 2018.
- 26. Bazán EY, Copoja SM. Eficiencia en la remoción de Arsénico y Plomo mediante material adsorbente a base de cáscara de naranja y maracuyá en aguas del Río Rímac, Corcona 2019. Universidad César Vallejo; 2019.
- 27. Nomberto L, Saavedra E. Dosis y tiempo óptimo de contacto de la cáscara de plátano en la remoción de zonc en aguas del río San Lorenzo, Shorey. Universidad Privada del Norte; 2022.
- 28. Begazo Y, Pareja S. Biosorción de arsénico utilizando biomasas secas en aguas superficiales. Universidad Nacional De San Agustín De Arequipa; 2019.
- El agua en cifras [Internet]. Autoridad Nacional del Agua (ANA). [cited 2022 Apr 19]. Available from: https://www.ana.gob.pe/contenido/el-agua-en-cifras
- Sierra N, Fernández M. Los ríos de Lima Metropolitana, dependencia y contaminación [Internet]. SUMPA S.A.C. 2018 [cited 2022 Apr 18]. Available from: https://www.sumpasac.com/2018/04/10/los-rios-de-lima-metropolitana-dependencia-y-contaminacion/
- Pacherres ML. Determinación de la calidad de agua de las cuencas de los ríos Chillón, Rímac y Lurín mediante indicadores químicos y biológicos. Ricardo Palma; 2019.
- 32. Informe Tecnico de Estadisticas Ambientales [Internet]. Lima; 2022. Available from: https://www.gob.pe/institucion/inei/informes-publicaciones/3153588estadisticas-ambientales-mayo-2022
- 33. Segundo monitoreo de calidad de agua superficial en la cuenca del río Lurín-Lima [Internet]. Lima; 2014. Available from: http://repositorio.ana.gob.pe/handle/ANA/2517
- 34. Cuenca Chillon 137556 [Internet]. Lima; 2023. Available from: https://snirh.ana.gob.pe/observatoriosnirh/Dashboard.aspx#

- 35. Aprueban Estándares de Calidad Ambiental (ECA) para Agua y establecen Disposiciones Complementarias/DECRETO SUPREMO Nº 004-2017-MINAM [Internet]. El Peruano Perú; Jun 7, 2017 p. 10–9. Available from: https://sinia.minam.gob.pe/normas/aprueban-estandares-calidad-ambiental-eca-agua-establecen-disposiciones-1
- 36. Plantas de tratamiento de agua en Lima [Internet]. 2017. Available from: https://www.oz-peru.com/wp-content/uploads/2020/05/PLANTAS-DE-TRATAMIENTO-DE-AGUAS.pdf
- 37. Garcia K. Planta de tratamiento del río Chillón [Internet]. Prensa Compumet. 2017 [cited 2022 Apr 18]. Available from: https://prensa.compumet.info/plantatratamiento-del-rio-chillon/
- 38. Tratamiento de agua potable Sedapal [Internet]. BOSS TECH. 2020 [cited 2022 Apr 18]. Available from: https://bosstech.pe/tratamiento-de-agua-potable-sedapal/
- 39. Planta de Huachipa Bocatoma y Ramal Norte. COSTOS [Internet]. 2011 Jan [cited 2022 Apr 18]; Available from: https://es.calameo.com/read/00214526736f71dfa9c3c
- 40. Romero M. Tratamientos Utilizados En La Potabilización De Agua. Bol Electron Fac Ing Univ Rafael Landívar. 2008;(08):1–12.
- 41. Ramos E. Es la hora de aprovechar el delicioso potencial del tumbo [Internet]. Agencia Agraria de Noticias. 2020 [cited 2022 Apr 19]. Available from: https://agraria.pe/noticias/es-la-hora-de-aprovechar-el-delicioso-potencial-deltumbo-20693
- 42. Romaní DR, Calixto-Cotos MR, Apaza FS. Utilization of Passiflora tripartita fruit residues. Vol. 12, Scientia Agropecuaria. Universidad Nacional de Trujillo; 2021. p. 445–53.
- 43. Tamay AP. Determinación de la capacidad de biosorción y desorción de la corona de piña (Ananas comosus) para la remoción de metales pesados. Universidad Politécnica Salesiana Sede Cuenca; 2019.
- 44. Kuno N. Efecto del secado convectivo sobre el valor nutricional, compuestos bioactivos y capacidad antioxidante en pulpa y semilla de Passiflora tripartita var. mollisima "tumbo serrano." Universidad Nacional Mayor de San Marcos; 2021.
- 45. Salas Yañac J. Encapsulación del ácido ascórbico y compuestos fenólicos del extracto de tumbo serrano (Passiflora mollisima H.B.K.) en alginato de sodio mediante gelificación iónica. UNIVERSIDAD PERUANA UNION; 2019.
- 46. Ricardo M, Ochoa G. Optimización de la deshidratación de rodajas de manzana (Malus Domesticus Borkh) en función de la densidad y porosidad. Universidad Nacional Agraria de la Selva; 2005.
- 47. Mondelo-García FJ, Alí Shah L, Jesús-Almeida F, Valín-Rivera JL, Grasa da Silva-Valenzuela M, Valenzuela-Díaz FR, et al. Caracterización de bentonitas y zeolitas sin tratamiento como refuerzo en materiales compuestos de matriz polimérica. Ing Mecánica [Internet]. 2014 [cited 2023 Jan 18];17(1):57–67. Available from: http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci\_arttext&pid=S1815-59442014000100007

- 48. Castillo E. Comparación de métodos para determinar la capacidad de intercambio catiónico en diez suelos venezolanos. Universidad Central de Venezuela; 2019.
- 49. Firdaus M, Rahmana DN, Carolina DF, Firdausi NR, Afiifah Z, Sugiarto BAR. Antibacterial edible coating from mandarin orange peel (Citrus reticulata) and moringa leaf (Moringa oleifera) extract for fish preservation. J Ris Kim [Internet]. 2023 Mar 24;14(1):61–9. Available from: http://jrk.fmipa.unand.ac.id/index.php/jrk/article/view/563
- Demir D, Ceylan S, Göktürk D, Bölgen N. Extraction of pectin from albedo of lemon peels for preparation of tissue engineering scaffolds. Polym Bull [Internet]. 2021;78(4):2211–26. Available from: https://doi.org/10.1007/s00289-020-03208-1
- 51. Zapata B, Balmaseda J, Fregoso-Israel E, Torres-García E. Thermo-kinetics study of orange peel in air. J Therm Anal Calorim. 2009;98(1):309–15.
- 52. Riadigos M, Torres J. Electroanálisis simultáneo de Cu, Pb, Cd y Zn en muestras de agua de diferente procedencia. In: Bioagua red Gallega de bioremediación y energía del agua. Tórculo Comunicación Gráfica, S.A.; 2019. p. 45–66.
- 53. Química Inorgánica ambiental. Vol. 3. 1861. p. 1–16.
- Vijayaraghavan K, Yun YS. Bacterial biosorbents and biosorption [Internet]. Vol. 26, Biotechnology Advances. Elsevier; 2008 [cited 2023 Jan 15]. p. 266–91. Available from: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0734975008000177

# ANEXOS

# Anexo N.º 1: Caracterización Taxonómica del tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney)

"Decenio de la Igualdad de Oportunidades para Mujeres y Hombres" "Año de la Unidad, la Paz y el Desarrollo"
Chiclayo, 16 de Agosto del 2023
Bachiller Illari Justina Gutierrez Atusparia illari.gutierrez@upch.pe Lima
Asunto: Solicitud de identificación y caracterización taxonómica de flora silvestre a través de material fotográfico.
Referencia: Carta s/n, registrada el 16/08/2023
Me dirijo a usted, con relación al asunto detallado, atendiendo a la solicitud de su carta registrada. Al respecto, se le informa que, después de haber evaluado el material adjunto para ejecutar la identificación botánica debida, se concluye:
El material fotográfico vegetal enviado por la bachiller ILLARI JUSTINA GUTIERREZ ATUSPARIA, identificada con DNI N° 74303817, con motivo de identificación y caracterización taxonómica para su proyecto denominado ESTUDIO DE LA BIOSORCIÓN DEL PLOMO (II) EN SOLUCIONES ACUOSAS UTILIZANDO CÁSCARA DE TUMBO (nombre científico de la especie en cuestión) EN POLVO, de la carrera profesional de QUIMICA, de la UNIVERSIDAD PERUANA CAYETANO HEREDIA, corresponde a la especie botánica <i>Passiflora tarminiana</i> Coppens & Barney, sin embargo la presencia de la forma oblonga observada en la fotografía de algunos de los frutos no descarta la posibilidad de también ser algún híbrido natural con <i>Passiflora tripartita</i> var. mollissima, especie con la que naturalmente se híbrida en su hábitat, cuyos frutos de ambas son llamados coincidentemente "tumbo" en la zona central y sur del Perú.
Por este motivo, se expide la presente carta que incluye dos anexos: el tratamiento taxonómico y las fotografías evaluadas, para los trámites correspondientes a su proyecto.
Sin otro particular, quedo de usted. Atentamente, Boris Pad Expan baler, Biologo COP, 12292 BORIS PAUL ESQUERRE IBAÑEZ Lic. En Biología- Botánica Investigador RENACYT Nivel V (P0051036)

# ANEXO 01 TRATAMIENTO TAXONÓMICO SUPER REINO: Eukaryota **REINO:** Viridiplantae DIVISION: Streptophyta CLADO: Embriophyta CLADO: Tracheophyta CLADO: Spermatophyta CLASE: Magnoliopsida CLADO: Eudicotyledons CLADO: Gunneridae CLADO: Pentapetalae CLADO: Rósidas CLADO: Fábidas ORDEN: Malpighiales FAMILIA: Passifloraceae SUBFAMILIA: Passifloroideae GÉNERO: Passiflora L. SUBGÉNERO: Passiflora SUPERSECCIÓN: Tacsonia (Juss.) Feuillet & MacDougal SECCIÓN: Elkea Feuillet & MacDougal ESPECIE: Passiflora tarminiana Coppens & Barney El linaje de la especie puede utilizarse de manera completa o sólo abreviada si se consideran únicamente las categorías taxonómicas en negrita. La información está basada en la clasificación actual de las plantas propuesta por ANGIOSPERM PHILOGENY GROUP (APG) y NCBI BLAST. Se citan las referencias bibliográficas: - Schoch CL, et al. 2020. NCBI Taxonomy: a comprehensive update on curation, resources and tools. Database (Oxford). Consultado el 16 de agosto del 2023, disponible en: https://www.ncbi.nlm.nih.gov/taxonomy/?term= P. F. Stevens, 2001 (en adelante), Angiosperm Phylogeny Website. Versión 14. Consultado el 16 de agosto del 2023, disponible en: http://www.mobot.org/MOBOT/research/APweb/

Anexo N.º 2: Datos obtenidos de los análisis fisicoquímicos del biosorbente

	W <sub>1</sub> (g)	$W_2(g)$	$W_3(g)$	% Humedad
Experimento 1	29.3993	40.4701	31.6150	79.94
Experimento 2	31.9623	42.8800	34.3540	78.09
Experimento 3	33.6151	49.9902	36.7303	80.98

• Determinación de la humedad de la cáscara de tumbo

W<sub>1</sub>: peso de la placa Petri vacía (g)

W<sub>2</sub>: peso de la placa Petri con la cáscara húmeda (g)

W<sub>3</sub>: peso de la placa Petri con la cáscara seca (g)

% Humedad 79.67

• Determinación de la humedad de la cáscara de tumbo en polvo

	W <sub>1</sub> (g)	$W_2(g)$	W <sub>3</sub> (g)	% Humedad
Experimento 1	34.6001	39.6002	39.3010	5.98
Experimento 2	33.0011	38.0012	37.7010	6.00
Experimento 3	53.0117	58.0129	57.7133	5.99

W1: peso del crisol vacío (g)

W<sub>2</sub>: peso del crisol con la cáscara en polvo inicial (g)

W3: peso del crisol con la cáscara seca (g)

% Humedad 5.99

Determinación de la densidad aparente

	W <sub>1</sub> (g)	$W_2(g)$	V <sub>1</sub> (mL)	$\delta_A (g/mL)$
Experimento 1	71.4601	75.9580	10	0.4498
Experimento 2	71.4570	73.6733	5	0.4433
Experimento 3	71.4570	76.0494	10	0.4592

W<sub>1</sub>: peso de la probeta de 50 mL vacía (g)

W<sub>2</sub>: peso de la probeta de 50 mL con la muestra (g)

V1: volumen visualizado que ocupa la muestra en la probeta (mL)

Densidad Aparente 450.77 kg/m<sup>3</sup>

Determinación de la densidad real

	W <sub>1</sub> (g)	$W_2(g)$	W <sub>3</sub> (g)	$\delta_{\rm R}  (g/mL)$
Experimento 1	26.1520	0.5062	35.1431	0.9228
Experimento 2	26.1513	0.5031	35.1550	0.9241
Experimento 3	26.1311	0.5040	35.2442	0.9353

V<sub>1</sub> (mL) 9.743

W1: peso del picnómetro vacío (g)

W<sub>2</sub>: peso de la muestra inicial (g)

W3: peso del picnómetro con la muestra aforada más el agua destilada (g)

V<sub>1</sub>: volumen del picnómetro usado (mL)

Densidad Real	927.40 kg/m <sup>3</sup>
---------------	--------------------------

Determinación de la acidez titulable

	$W_1(g)$	V <sub>1</sub> (mL)	% Acidez
Blanco	-	0.25	-
Experimento 1	0.2005	0.30	0.2396
Experimento 2	0.2010	0.30	0.2390
Experimento 3	0.2012	0.25	0.1989

Vol. inicial de muestra	50 mL
Normalidad de NaOH	0.1 N
Constante del ácido cítrico	0.06404 Meq/g

W<sub>1</sub>: peso de la muestra inicial (g)

V<sub>1</sub>: volumen gastado del NaOH (mL)

% Acidez Titulable 0.2393

Determinación de la capacidad de intercambio catiónico

	$W_1(g)$	V <sub>1</sub> (mL)	CIC
Blanco	-	16.0	-
Experimento 1	0.2002	16.4	199.80
Experimento 2	0.2004	16.4	199.60
Experimento 3	0.2003	18.5	1248.13

Vol. inicial de muestra	20 mL
Normalidad de NaOH	1 N

W1: peso de la muestra inicial (g)

V1: volumen gastado del NaOH (mL)

CIC	199.70 Meq
-----	------------

## Anexo N.º 3: Datos obtenidos de la caracterización instrumental del biosorbente

Tabla 12.Grupos funcionales identificados en la cáscara de tumbo (Passifloratarminiana Coppens & Barney) mediante la técnica Espectroscopía Infrarroja.

Grupo Funcional	Vibraciones	Número de onda
Alcano	EstirCH <sub>2</sub> - y -CH <sub>3</sub>	2916.63 cm <sup>-1</sup> y 2849.10 cm <sup>-1</sup>
Éter	EstirC-O-C-	1018.16 cm <sup>-1</sup>
Alqueno conjugado	Estir. =C-C	1605.61 cm <sup>-1</sup>
Grupo carbonilo	Estir. C=O	Aprox. en 1723.93 cm <sup>-1</sup>
Alcohol	Estir. O-H	Banda ancha en 3300.00 cm <sup>-1</sup>

Fuente: Elaboración propia.

Alleau IN. 4. Datus obtellidus para determinar er	лрно	optimo de la	biosorcion
---	------	--------------	------------

pН	Absorbancia	Cc Inicial Pb (ppm)	Cc Final Pb (ppm)	% Remoción	q máx. (mg/g)
2.5	0.0580	10.00	2.801	71.99	3.599
3	0.0316	10.00	1.512	84.88	4.244
4	0.0137	10.00	0.657	93.43	4.672
4.5	0.0165	10.00	0.793	92.07	4.603
5	0.0184	10.00	0.885	91.15	4.558
6.2	0.0867	10.00	4.090	59.10	2.955

Volumen de la muestra (mL)100Masa inicial de la muestra (g)0.20

• Pruebas de repetibilidad para la determinación del pH de biosorción

BLANCOS ESTANDAR					BLANCOS DE PI	ROCESO			
pН	Cc Inicial de Pb (ppm)	Absorbancia (U.A)		pН	Cc de Pb (ppm)	Absorbancia (U.A)			
2.5	10.193	0.20605		2.5	< L.Q	0.00215			
3.0	10.056	0.20358		3.0	< L.Q	0.00213			
4.0	9.992	0.20240		4.0	< L.Q	0.00212			
4.5	9.727	0.19754		4.5	< L.Q	0.00210			
5.0	10.080	0.19330		5.0	< L.Q	0.00214			
6.0	9.981	0.19651		6.0	< L.Q	0.00213			
Valores	Masa	Masa Real	Cc Inicial Pb	Absorbancia	Cc Final Pb	% Remoción		q m	iáx.
---------	-------------	--------------	---------------	-------------	-------------	------------	--------	-------	-------
de pH	<b>(g</b> )	( <b>g</b> )	(ppm)	(U.A)	(ppm)			(mg	g/g)
	0.2	0.2055	10.00	0.0784	3.88	61.24%		2.980	
2.5	0.2	0.2075	10.00	0.0788	3.90	61.02%	60.84%	2.941	2.949
	0.2	0.2060	10.00	0.0802	3.97	60.27%		2.926	
	0.2	0.2045	10.00	0.0199	0.73	92.69%		4.532	
3.0	0.2	0.2060	10.00	0.0204	0.76	92.42%	92.61%	4.486	4.503
	0.2	0.2065	10.00	0.0198	0.73	92.74%		4.491	
	0.2	0.2065	10.00	0.0141	0.42	95.81%		4.640	
4.0	0.2	0.2060	10.00	0.0139	0.41	95.91%	95.84%	4.656	4.668
	0.2	0.2035	10.00	0.0141	0.42	95.81%		4.708	
	0.2	0.2060	10.00	0.0178	0.62	93.82%	93.65%	4.554	4.554
4.5	0.2	0.2045	10.00	0.0181	0.63	93.66%		4.580	
	0.2	0.2065	10.00	0.0184	0.65	93.49%		4.528	
	0.2	0.2050	10.00	0.0297	1.26	87.42%		4.264	
5.0	0.2	0.2040	10.00	0.0289	1.22	87.85%	87.65%	4.306	4.300
	0.2	0.2025	10.00	0.0292	1.23	87.69%		4.330	
	0.2	0.2065	10.00	0.0583	2.80	72.04%		3.489	
6.0	0.2	0.2025	10.00	0.0568	2.72	72.85%	72.52%	3.598	3.561
	0.2	0.2020	10.00	0.0571	2.73	72.69%		3.598	

Volumen de la muestra (mL) 100

Las gráficas correspondientes a estos datos obtenidos son las siguientes:





**Figura 1.** Valores de pH trabajados del plomo (II) <u>vs</u> el porcentaje de remoción alcanzado en soluciones de 10 ppm del metal estudiado, a una masa de 0.2 g de cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo durante 3 horas de agitación.

Fuente: Autoría propia.

**Figura 2.** Valores de pH trabajados de plomo (II) en soluciones de 10 ppm del metal estudiado, a una masa de 0.2 g de cáscara de tumbo (*Passiflora tarminiana* Coppens & Barney) en polvo **vs** la capacidad máxima de adsorción alcanzada durante 3 horas de agitación.

**Fuente:** Autoría propia.

Cabe resaltar que, para estas pruebas se trabajó en base a los mismos parámetros establecidos en las condiciones instrumentales y la siguiente curva de calibración:

Concentración	Absorbancia
(ppm)	(U.A)
0	0.0000
2	0.0454
5	0.1069
10	0.1902
20	0.3772



Anexo N.º 5: Datos obtenidos para determinar el tiempo de equilibrio

pН	Tiempo (min)	Absorbancia	Cc Inicial Pb (ppm)	Cc Final Pb (ppm)	% Remoción	q máx. (mg/g)
4.0	20	0.0264	10.00	1.26	87.41	4.3706
4.0	60	0.0199	10.00	0.95	90.53	4.5265
4.0	180	0.0127	10.00	0.60	93.99	4.6995
4.0	720	0.0127	10.00	0.60	93.96	4.6982
4.0	1440	0.0117	10.00	0.56	94.43	4.722

Volumen de la muestra (mL)	100
Masa inicial de la muestra (g)	0.20

Masa Esperada (g)	Masa (g)	Cc Inicial Pb (ppm)	Cc Final Pb (ppm)	q máx. (mg/g)	Cc adsorbida de Pb (ppm)	% Remoción
0.1	0.1007	5	0.352	4.616	4.648	92.96
0.2	0.2000	5	0.282	2.359	4.718	94.36
0.5	0.5008	5	0.404	0.918	4.596	91.92
Masa Esperada (g)	Masa (g)	Cc Inicial Pb (ppm)	Cc Final Pb (ppm)	q máx. (mg/g)	Cc adsorbida de Pb (ppm)	% Remoción
0.1	0.1017	10	1.126	8.726	8.874	88.74
0.2	0.2000	10	0.657	4.672	9.343	93.43
0.5	0.5011	10	0.644	1.867	9.356	93.56
Masa Esperada (g)	Masa (g)	Cc Inicial Pb (ppm)	Cc Final Pb (ppm)	q máx. (mg/g)	Cc adsorbida de Pb (ppm)	%Remoción
0.1	0 1017	50				i de la companya de l
	0.1017	50	23.728	25.833	26.272	52.54
0.2	0.2000	50	23.728 13.250	25.833 18.375	26.272 36.750	52.54 73.50
0.2	0.2000 0.5001	50 50 50	23.728 13.250 4.914	25.833 18.375 9.015	26.272 36.750 45.086	52.54 73.50 90.17
0.2 0.5 Masa Esperada (g)	0.2000 0.5001 Masa (g)	50 50 Cc Inicial Pb (ppm)	23.728 13.250 4.914 Cc Final Pb (ppm)	25.833 18.375 9.015 q máx. (mg/g)	26.272 36.750 45.086 Cc adsorbida de Pb (ppm)	52.54 73.50 90.17 % Remoción
0.2 0.5 Masa Esperada (g) 0.1	0.2000 0.5001 Masa (g) 0.1010	50 50 50 Cc Inicial Pb (ppm) 100	23.728 13.250 4.914 <b>Cc Final Pb</b> (ppm) 60.250	25.833 18.375 9.015 <b>q máx.</b> ( <b>mg/g</b> ) 39.356	26.272 36.750 45.086 Cc adsorbida de Pb (ppm) 39.750	52.54 73.50 90.17 % Remoción 39.75
0.2 0.5 Masa Esperada (g) 0.1 0.2	0.2000 0.5001 Masa (g) 0.1010 0.2000	50 50 50 <b>Cc Inicial Pb (ppm)</b> 100 100	23.728 13.250 4.914 Cc Final Pb (ppm) 60.250 45.265	25.833 18.375 9.015 <b>q máx.</b> (mg/g) 39.356 27.368	26.272 36.750 45.086 <b>Cc adsorbida de Pb</b> (ppm) 39.750 54.735	52.54 73.50 90.17 % Remoción 39.75 54.74

## Anexo N.º 6: Datos obtenidos para determinar el peso óptimo

Masa Esperada (g)	Masa Real (g)	Absorbanci a	Cc Inicial Pb (ppm)	Cc Final Pb (ppm)	q máx. (mg/g)	% Remoción
0.2	0.2034	0.00187	1.00	0.084	0.4505	91.63
0.2	0.2046	0.00280	2.00	0.128	0.9150	93.60
0.2	0.2069	0.00620	5.00	0.282	2.2803	94.36
0.2	0.2064	0.01440	10.00	0.657	4.5266	93.43
0.2	0.2015	0.04440	20.00	2.057	8.9047	89.72
0.2	0.2011	0.25900	50.00	13.250	18.2745	73.50
0.2	0.2049	0.71030	100.00	45.265	26.7130	54.74
0.2	0.2061	1.23110	200.00	106.236	45.4944	46.88

# Anexo N.º 7: Datos obtenidos para determinar el efecto de concentración

Volumen de la muestra (mL) 100

Anexo N.º 8: Datos obtenidos para determinar los modelos de isotermas de adsorción

Langmuir Freundlich Masa Esperada Masa Real (g) Ci (mg/L) Cf (mg/L) Ce (mg/L) qe (mg/g) Ce/qe Log (Ce) Log qe **(g)** 0.2034 0.0837 -0.346 0.2 1 0.08 0.4505 0.1858 -1.077 0.2 0.2046 2 0.13 0.9150 0.1280 0.1399 -0.893 -0.039 5 0.2 0.2069 0.28 2.2803 0.2820 0.1237 -0.550 0.358 0.2 0.2064 10 0.66 4.5266 0.6570 0.1451 -0.182 0.656 0.2 0.2015 8.9047 2.0570 0.2310 0.313 0.950 20 2.06 0.2 0.2011 50 13.25 18.2745 13.2500 0.7251 1.122 1.262 0.2 0.2049 26.7130 100 45.27 45.2650 1.6945 1.656 1.427 1.658 0.2 0.2061 200 106.24 45.4944 106.2360 2.3351 2.026

Primero se tuvieron que linealizar todos los valores obtenidos durante la experimentación de la siguiente manera:

Volumen de la muestra (mL)

100

## ✤ Langmuir:

Al terminar con la linealización, de las gráficas se obtuvieron los siguientes datos:

Ce/qe	1/(qmáx.K <sub>c</sub> )	1/qmáx	Ce
У	0.2396	0.0218	Х

Al ordenar en la ecuación de la recta, finalmente se obtuvo lo siguiente:

q máx.	45.8716 mg/g
Kc	0.0910

## ✤ Freundlich:

Al terminar con la linealización, de las gráficas se obtuvieron los siguientes datos:

Log qe	Log Kf	1/n	Log Ce
У	0.5633	0.5873	Х

Al ordenar en la ecuación de la recta, finalmente se obtuvo lo siguiente:

Kf	3.6584
n	1.7027

• Anexo N.º 9: Evidencias Fotográficas







	Deter	minación de la capacidad de intercambio cati	ónico
Soluciones antes de la centrifugación	Soluciones después de la centrifugación	Soluciones antes de la titulación.	Soluciones después de la titulación

Determinación del efecto de concentración					
Soluciones de 100 mL de buffer acetato de sodio (CH <sub>3</sub> COONa) a	Al cabo de ese tiempo, todas las soluciones fueron filtradas				
pH 4 con 0.2 g de cáscara de tumbo en polvo y concentraciones de	usando papel filtro Whatman N.º 41 y embudos de vástago				
plomo (II) de 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100 y 200 ppm. Los 8 matraces se	corto.				
encontraban en agitación durante 3 horas.					



### <u>Anexo N.º 10: Resultados Preliminares</u>

Inicialmente para las pruebas de adsorción del plomo (II) se trabajó con la técnica electroquímica Voltamperometría de redisolución anódica (ASV), posteriormente se optó por la técnica de absorción atómica (EAA). Si bien es cierto, ambas técnicas proporcionan resultados precisos, la ASV tiene una mayor ventaja que la EAA en cuanto a sensibilidad y detección simultánea de metales [1].

#### Voltamperometría de redisolución anódica

Esta técnica involucra dos pasos. El primero es la preconcentración, que consiste en la electrodeposición del metal estudiado sobre la superficie del electrodo de trabajo durante un cierto tiempo; es decir, el ion metálico tiende a reducirse a su estado metálico, ver **Ilustración A.** El segundo paso es la oxidación anódica donde el metal tiende a oxidarse nuevamente a iones metálicos [2,3].



Ilustración A. Esquema de la preconcentración (abajo) y oxidación anódica (arriba) del metal (M<sup>0</sup>) que se produce durante una curva de voltaje vs corriente en una solución que contiene a los iones metálicos (M<sup>n+</sup>) a analizar.

Fuente: Extraído de Borril A, Reily N y Macpherson J [3].

Lo que se obtiene gracias al potenciostato es un gráfico de potencial de corriente en el que la corriente aumenta a potenciales específicos. El potencial permite identificar al tipo de ion metálico, mientras que la cantidad de corriente resulta ser proporcional a la cantidad del metal en solución, ver **Ilustración B** [4].



**Ilustración B.** Esquema del principio de Voltametría de redisolución anódica y la obtención del gráfico de potencial de corriente de un ion metálico (M<sup>n+</sup>).

Fuente: Extraído de March G, Nguyen T y Piro B [5].

1.1. Sistema de Trabajo

La celda electroquímica usada en ASV contiene 3 electrodos: el electrodo de trabajo, electrodo de referencia (de potencial conocido) y un contraelectrodo (que sirve para cerrar el circuito). Todos se encuentran unidos a un potenciostato que se encarga de medir y controlar el potencial de dicha celda [5].



**Ilustración C.** Celda de 3 electrodos preparada y utilizada en los análisis de plomo (II) por Voltametría de Redisolución Anódica. Electrodo de trabajo: carbón vitreo (centro), electrodo de referencia (izquierda) y contraelectrodo alambre de platino (derecha).

Fuente: Autoría propia.

## 1.2. Materiales

## 1.2.1. Reactivos

- Solución de ácido acético glacial (CH<sub>3</sub>COOH)
- Solución de ácido clorhídrico concentrado (HCl)
- Solución de hidróxido de amonio concentrado (NH4OH)
- Acetato de plomo trihidratado p.a ((CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>Pb.3H<sub>2</sub>O)
- Agua destilada
- Agua ultrapura

## 1.2.2. Equipos y materiales de laboratorio

- Potenciostato Modelo 273 (marca EG&G)
- Agitador magnético (marca DLAB)
- Vasos precipitados de 100 mL
- Probetas de 50 mL y 100 mL
- Pipetas volumétricas de 10 mL Clase AS
- Pipetas graduadas de 1 mL, 5 mL, 10 mL y 20 mL Clase A/AS
- Fiolas de 100 mL, 250 mL y 500 mL
- Pastillas de agitación
- Baguetas
- Corcho con 3 huecos
- 1.3. Metodología

Primero se realizó la voltametría cíclica del plomo (II). Para eso se prepararon 500 mL de un buffer de conductividad de pH 4.4 mezclando 55.5 mL de una solución de ácido acético glacial, 37.0 mL de una solución de hidróxido de amonio concentrado y 5.0 mL de una solución de ácido clorhídrico concentrado.

 Tabla I. Parámetros establecidos para la voltametría cíclica del plomo (II).

Velocidad de barrido (Scan Rate)	29.63 mV/s
Scan Incr.	4.00 mV

Step Time	135.00 ms
Potencial de Inicio	-1 200 mV
Potencial Final	-1 200 mV
Vértice 1 Potencial	-200 mV
Vértice 2 de Potencial	-1 400 mV
N.º de ciclos	4

Fuente: Autoría propia.

Luego se preparó una solución de 1000 ppm de plomo (II) a partir de acetato de plomo trihidratado al cual se le agregaron unas gotas de una solución de ácido nítrico de 0.1 M para estabilizar al metal. A partir de dicha solución patrón de plomo (II) se prepararon 50 mL de una solución de  $Pb^{2+}$  de 0.1 ppm, 0.5 ppm, 1 ppm, 20 ppm, 50 ppm y 200 ppm. Como resultado se obtuvo la siguiente gráfica:



Ilustración D. Voltametría Cíclica del plomo (II).

### Fuente: Autoría propia.

La **Ilustración D**, permitió reconocer los picos de oxidación y reducción. Para llevar a cabo la redisolución anódica del plomo (II), se tuvo en cuenta la oxidación del metal. Por esta razón se delimitó los voltajes a los cuales ocurre dicho proceso (-1200 mV y -200 mV).

En un vaso precipitado de 100 mL se mezclaron 40 mL del buffer de conductividad y 40 mL de agua destilada, después se armó la celda de trabajo tal como se muestra en la **Ilustración E**, se establecieron los parámetros de voltametría cíclica, ver **Tabla I** y se realizó el análisis del blanco. Posteriormente se repitió el procedimiento mezclando 40 mL del buffer de conductividad y 40 mL de la solución de plomo (II) de 200 ppm. En base a lo descrito, se establecieron los siguientes parámetros, ver **Tabla II**.

Potencial de condición	-1 500 mV
Tiempo de deposición	180 s
Tiempo de equilibrio	15 s
Pulse Height	25.00 mV
Velocidad de barrido (Scan Rate)	29.63 mV/s
Scan Incr.	4.00 mV
Step Time	135.0 ms
Potencial de Inicio	-1 200 mV
Potencial Final	-200 mV

Tabla II. Parámetros establecidos para la redisolución anódica del plomo (II).

Fuente: Autoría propia.

Una vez delimitados todos los parámetros de ASV, se procedió a agregar a un vaso precipitado de 100 mL, 40 mL del buffer de conductividad y 40 mL de agua destilada. Después, se armó la celda de trabajo y se realizó el análisis del blanco. Luego, se repitió el procedimiento mezclando 40 mL del buffer de conductividad y 40 mL de la solución de Pb<sup>2+</sup> de 0.1 ppm. Así sucesivamente, se analizaron las soluciones estándar de Pb<sup>2+</sup> 0.5 ppm, 1 ppm, 20 ppm, 50 ppm y 200 ppm. De estos datos, se obtuvo una mejor linealidad para 0.1 ppm, 0.5 ppm y 1.0 ppm, ver **Ilustración E**.

La calibración se determinó trazando la altura del pico (corriente) frente a la concentración del plomo (II) con el objetivo de obtener una curva de calibración. En esta etapa lo que se busca obtener un R<sup>2</sup> casi perfecto. Es por esta razón que aún faltan realizar algunos ajustes a las pruebas para que los resultados sean confiables.



Ilustración E. Voltamperograma para el plomo (II) analizado en diferentes soluciones estándar de Pb<sup>2+</sup>.

Fuente: Autoría propia.

- 1.4. Referencias Bibliográficas
- Zhai Z, Huang N, Zhuang H, Liu L, Yang B, Wang C, et al. A diamond/graphite nanoplatelets electrode for anodic stripping voltammetric trace determination of Zn(II), Cd(II), Pb(II) and Cu(II). Appl Surf Sci. 2018 Nov 1;457:1192–201.
- Ngamchuea K, Batchelor-McAuley C, Compton RG. Anodic stripping voltammetry of silver in the absence of electrolytes: Theory and experiment. J Electroanal Chem. 2018 Dec 1;830–831:122–30.
- Borrill AJ, Reily NE, Macpherson J V. Addressing the practicalities of anodic stripping voltammetry for heavy metal detection: A tutorial review [Internet]. Vol. 144, Analyst. Royal Society of Chemistry; 2019 [cited 2023 Jan 19]. p. 6834–49. Available from: <u>https://pubs.rsc.org/en/content/articlehtml/2019/an/c9an01437c</u>
- Pattadar DK, Sharma JN, Mainali BP, Zamborini FP. Anodic stripping electrochemical analysis of metal nanoparticles. Vol. 13, Current Opinion in Electrochemistry. Elseiver; 2019. p. 147–56.
- March G, Nguyen T, Piro B. Modified Electrodes Used for Electrochemical Detection of Metal Ions in Environmental Analysis. Biosensors. 2015 Apr 29;5(2):241–75.