



UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO
FACULTAD DE CIENCIA E INGENIERÍA EN ALIMENTOS Y
BIOTECNOLOGÍA
CARRERA DE INGENIERÍA BIOQUÍMICA



Tema: Aplicación de exfoliado de grafito a partir del grafito proveniente de pilas recicladas para el mejoramiento de la calidad del agua residual de la lavadora de carros Lavadora Express ubicada en la ciudad de Ambato

Trabajo de Titulación, modalidad Proyecto de Investigación, previa la obtención del Título de Ingeniera Bioquímica, otorgado por la Universidad Técnica de Ambato, a través de la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología

Autor: Adriana Cristina Rodríguez Pinto

Tutor: Dr.-Ing. Rodny David Peñafiel Ayala

Ambato – Ecuador

Marzo - 2022

APROBACIÓN DEL TUTOR

Dr.-Ing. Rodny David Peñafiel Ayala

Certifica

Que el presente trabajo ha sido prolijamente revisado. Por lo tanto, autorizo la presentación de este Trabajo de Titulación modalidad Proyecto de Investigación; el mismo que, responde a las normas establecidas en el Reglamento de Títulos y Grados de la Facultad.

Ambato, 10 de febrero del 2022

Dr.-Ing. Rodny David Peñafiel Ayala

C.I. 1712283520

TUTOR

DECLARACIÓN DE AUTENTICIDAD

Yo, Rodríguez Pinto Adriana Cristina, manifiesto que los resultados presentes en el Trabajo de Titulación corresponden a la modalidad de Proyectos de Investigación, previo a la obtención del Título de Ingeniera Bioquímica, son auténticos y personales, a excepción de las citas.



Adriana Cristina Rodríguez Pinto

C.I. 1804570438

AUTORA

APROBACIÓN DE LOS MIEMBROS DE TRIBUNAL DE GRADO

Los suscritos profesores Calificadores, aprueban el presente Trabajo de Titulación modalidad Proyecto de Investigación, el mismo que ha sido elaborado con las disposiciones emitidas por la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología de la Universidad Técnica de Ambato.

Para constancia firman:

PhD. Oretes Dario López Hernández
C.I: 1754784864
Presidente del tribunal

Mg. Lander Vinicio Pérez Aldás
C.I: 1802706596

Mg. Cristian Fernando Galarza Galarza
C.I: 1803160272

Ambato, 29 de marzo del 2022

DERECHOS DE AUTOR

Autorizo a la Universidad Técnica de Ambato, para que haga de este Trabajo de Titulación o parte de él, como documento disponible para su lectura, consulta y procesos de investigación, según las normas de la Institución.

Cedo los Derechos en línea patrimoniales de mi Trabajo de Titulación, con fines de difusión pública, además apruebo la reproducción de este, dentro de las regulaciones de la Universidad, siempre y cuando esta reproducción no suponga una ganancia económica y se realice respetando mis derechos de autor.



Adriana Cristina Rodríguez Pinto

C.I. 1804570438

AUTORA

DEDICATORIA

A ti que estás en el cielo.

AGRADECIMIENTOS

A mis padres, amigos, a mi hermano y mi sobrino quienes han sido el apoyo y la alegría hasta en los más difíciles momentos.

A mi tutor Dr.-Ing. Rodny Peñafiel que desde el principio no dudó en brindarme una mano, por todas sus enseñanzas y paciencia.

TABLA DE CONTENIDO

PORTADA.....	I
APROBACIÓN DEL TUTOR.....	II
DECLARACIÓN DE AUTENTICIDAD.....	III
APROBACIÓN DE LOS MIEMBROS DE TRIBUNAL DE GRADO	IV
DERECHOS DE AUTOR	V
DEDICATORIA	VI
AGRADECIMIENTOS	VII
ÍNDICE DE TABLAS	X
ÍNDICE DE GRÁFICOS	XI
RESUMEN.....	XIII
ABSTRACT.....	XIV
CAPÍTULO I.....	1
MARCO TEÓRICO.....	1
1.1. ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS	1
1.1.1. GRAFITO EXFOLIADO	1
GENERALIDADES.....	1
1.1.1.3 EXFOLIACIÓN ELECTROQUÍMICA DEL GRAFITO.....	2
1.1.2. AGUA.....	4
1.1.2.1 AGUAS RESIDUALES	5
1.1.3. CARBÓN ACTIVADO.....	7
1.1.4 CARACTERIZACIÓN DE EXFOLIADOS DE GRAFITO	8
ESPECTROSCOPIA UV/VIS	8
ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR)	9
1.1.5 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN.....	9
1.2.1. OBJETIVO GENERAL	11
1.2.2 Objetivos Específicos.....	11
1.3 HIPÓTESIS	11
CAPÍTULO II	12
METODOLOGÍA	12
2.2.1 Exfoliación electroquímica	14
Caracterización de exfoliado de grafito mediante espectrofotometría UV/VIS	14
Caracterización de exfoliados de grafito mediante FT-IR.....	15
2.2.2 Recolección de muestra de agua residual de lavadora de carros	15
2.2.3 Parámetros físico-químicos del agua residual.....	15
2.2.3.1 Sólidos totales	16
2.2.3.2 Sólidos volátiles totales.....	16
2.2.3.3 Sólidos totales suspendidos.....	16
2.2.3.4 pH.....	17
2.2.3.5 Conductividad	17
2.2.3.6 Color verdadero.....	17

2.2.3.7	Turbidez	18
2.2.3.8	Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)	18
2.2.3.9	Demanda Química de Oxígeno (DQO).....	18
2.2.4	Determinación de isothermas de adsorción de Pb en carbón activado y grafito exfoliado	19
2.2.5	Determinación de plomo	20
CAPÍTULO III.....		22
RESULTADOS Y DISCUSIÓN		22
3.1	ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	22
3.1.1	PESO EXFOLIADO DE GRAFITO OBTENIDO	22
3.1.2	CARACTERIZACIÓN EXFOLIADO DE GRAFITO MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA UV/VIS	23
3.1.3	CARACTERIZACIÓN EXFOLIADO DE GRAFITO MEDIANTE MEDIANTE FT-IR.....	24
3.1.3	PARÁMETROS FÍSICO-QUÍMICOS DEL AGUA RESIDUAL	25
3.1.4	DETERMINACIÓN DE ISOTERMAS DE ADSORCIÓN DE PB EN CARBÓN ACTIVADO Y GRAFITO EXFOLIADO	27
3.2	VERIFICACIÓN DE LA HIPÓTESIS	38
CAPÍTULO IV.....		39
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....		39
4.1	CONCLUSIONES	39
4.2	RECOMENDACIONES	40
BIBLIOGRAFÍA		41

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Límites de descarga al sistema de alcantarillado público	Tabla 8 TULSMA 5
Tabla 2. Rango y resolución de detección según parámetro de detección	19
Tabla 3. Rango de la recta de calibración y límites de detección	21
Tabla 4. Programa de temperaturas para detección de plomo	21
Tabla 5. Peso de exfoliado de grafito obtenido.....	22
Tabla 6: Parámetros físico-químicos del agua residual.....	25
Tabla 7. Parámetros físico-químicos del agua residual tratada con carbón activado.	25
Tabla 8. Parámetros físico-químicos del agua residual tratada con grafito exfoliado	26
Tabla 9: Curva de calibración de plomo	27
Tabla 10. Parámetros de determinación de isoterma de adsorción de plomo en agua destilada con carbón activado	28
Tabla 11. Parámetros de determinación de isoterma de adsorción de Pb en agua destilada con exfoliado de grafito	31
Tabla 12. Parámetros de determinación de isoterma de adsorción de plomo en agua residual con carbón activado	33
Tabla 13. Parámetros de determinación de isoterma de adsorción de Pb en agua residual con grafito exfoliado.....	35

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1. Nanopartícula de grafito exfoliado	2
Gráfico 2. Proceso de exfoliación del grafito.....	3
Gráfico 3. Espectrofotometría UV/VIS de exfoliado de grafito	23
Gráfico 4. Caracterización mediante FT-IR.....	24
Gráfico 5. Coeficiente de partición en agua destilada con carbón activado	28
Gráfico 6. Isoterma de Langmuir en agua destilada con carbón activado	29
Gráfico 7. Isoterma de Freudlinch en agua destilada con carbón activado.....	29
Gráfico 8. Ajuste a la isoterma de Freundlich.....	30
Gráfico 9. Coeficiente de partición en agua destilada con grafito exfoliado	31
Gráfico 10. Isoterma de Langmuir en agua destilada con grafito exfoliado	32
Gráfico 11. Isoterma de Freundlich en agua destilada con grafito exfoliado	32
Gráfico 12. Ajuste a la isoterma de Freundlich.....	33
Gráfico 13. Isoterma de Langmuir en agua residual con carbón activado	34
Gráfico 14. Isoterma de Freundlich en agua residual con carbón activado	34
Gráfico 15. Coeficiente de partición en agua residual con carbón activado	34
Gráfico 16. Ajuste a la isoterma de Freundlich.....	35
Gráfico 17. Isoterma de Langmuir en agua residual con grafito exfoliado	36
Gráfico 18. Isoterma de Freundlich en agua residual con grafito exfoliado	36
Gráfico 19. Coeficiente de partición en agua residual con grafito exfoliado	36
Gráfico 20. Ajuste a la isoterma de Freundlich.....	37

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1. Exfoliación electroquímica de grafito	47
Anexo 2. Filtración al vacío del exfoliado	47
Anexo 3. Grafito exfoliado	47
Anexo 4. Determinación de sólidos volátiles.....	47
Anexo 5. Determinación de sólidos totales suspendidos	47
Anexo 6. Medición de DBO	47
Anexo 7. Digestión de las muestras de agua residual	48
Anexo 8. Determinación de isotermas	48
Anexo 9. Equipo de Absorción Atómica	48
Anexo 10. Estándares para la curva de calibración.....	48

RESUMEN

El carbono es el elemento más abundante en la naturaleza, y la cantidad de compuestos de los cuales forma parte es infinita. Las bondades de este elemento se han investigado, con el objetivo de buscar mejoras en varios aspectos del desarrollo humano. Uno de los aspectos más preocupantes es la contaminación, el uso desmedido de las fuentes de agua de la ciudad de Ambato, nos hacen pensar si la sociedad está consciente de que el recurso agua no es infinito y la repercusión que puede causar en el bienestar de las futuras generaciones. Es por esta razón que este estudio está enfocado en el beneficio que se puede obtener del grafito exfoliado obtenido de pilas recicladas, y su uso como mitigante de la contaminación de aguas residuales, sobre todo en lavadoras de carros. Para esta investigación se tomaron muestras de la lavadora de autos Lavadora Express y como variables de estudio se estableció: La obtención de exfoliado de grafito, las características del exfoliado de grafito a partir de espectrofotometrías FT-IR y UV/VIS, parámetros de calidad del agua como pH, sólidos totales, sólidos en suspensión, color, turbidez, DBO y DQO; isothermas de adsorción de plomo. En conclusión, el exfoliado de grafito si es útil para mejorar la calidad del agua residual.

Palabras clave: Grafito exfoliado, gestión ambiental, tratamiento de aguas, isothermas de adsorción, plomo, calidad del agua.

ABSTRACT

Carbon is the most abundant element nature, and the number of compounds of which it is a part is infinite. The benefits of this element have been investigated, with the aim of seeking improvements in various aspects of human development. One of the most worrying aspects is pollution, the excessive use of water sources in the city of Ambato, make us wonder if society is aware that the water resource is not infinite and the impact it can have on the well-being of future generations. It is for this reason that this study is focused on the benefit that can be obtained from the exfoliated graphite obtained from recycled batteries, and its use as a mitigating agent of wastewater pollution, especially in car washers. For this research, samples were taken from the Lavadora Express car washer and the following study variables were established: Obtaining graphite exfoliation, the characteristics of the graphite exfoliation from FT-IR and UV/VIS spectrophotometry, quality parameters of the water as pH, total solids, suspended solids, color, turbidity, BOD and COD; lead adsorption isotherms. In conclusion, the graphite exfoliation is useful to improve the quality of the residual water.

Keywords: Exfoliated graphite, environmental management, water treatment, adsorption isotherms, lead, water quality.

CAPÍTULO I

MARCO TEÓRICO

1.1. Antecedentes Investigativos

1.1.1. Grafito exfoliado

Generalidades

Uno de los elementos más abundantes en la naturaleza es el carbono, perteneciendo al grupo no metal de la tabla periódica, debido a su configuración electrónica posee la capacidad de enlazarse con muchos otros elementos y consigo mismo y presentar diversas formas alotrópicas como son el grafito, diamante, nanofibra, fullerenos y el grafeno. **(Romero & Mejillón, 2018)**

El elemento carbono, con un número atómico de 6, posee una configuración electrónica $[\text{He}]2s^22p^2$. Los átomos de carbono pueden adoptar tres tipos de hibridación de orbitales: sp^3 , sp^2 y sp , que dan lugar a tres estructuras básicas del carbono: diamante, grafito y carbinos, respectivamente. El grafito es otra forma alotrópica del elemento carbono, consistente en láminas de átomos de carbono que forman un sistema de anillos condensado plano. **(Tascon, 2007)**

El grafito expandido o grafito exfoliado es un compuesto granular obtenido por la expansión de escamas de grafito natural y exhibe partículas inusuales: estas en realidad toman una forma típica de gusano, derivada de la expansión unidireccional de las escamas a lo largo del eje c del cristal (es decir, perpendicular al plano de la base del cristal). Además, el grafito exfoliado, es la etapa de pre-expansión en la que las capas naturales solo se esparcen con los productos químicos adecuados. **(Solfiti & Berto, 2020)**. Con avances en las investigaciones este material se ha convertido en una materia prima importante para la producción industrial, sellado, envasado y aislamiento térmico de láminas de grafito flexible, que ha llamado mucho la atención

por su alta capacidad de adsorción de metales pesados. Recientemente, se ha informado que el exfoliado de grafito tiene un excelente efecto de adsorción sobre el aceite derramado en el agua. En la industria, el tratamiento con ácido a base de ácido sulfúrico todavía se usa como un proceso convencional para la obtención del grafito exfoliado. (Lee, 2002)

La conductividad del grafito exfoliado permanece sin cambios hasta cierto punto en comparación al grafito (el cual es una forma cristalina altamente conductora de carbono natural o sintético) que posee una conductividad a temperatura ambiente de 10^4 S/cm. Entre otras de las propiedades del grafito "exfoliado" se tiene que puede ser un beneficio real para la producción de polímeros conductores; al presentar una estructura similar a la de los silicatos en capas. Las nanopartículas de grafito exfoliado consiste en una pila de nanohojas cuyo grosor puede variar de 4 a 40 nanómetros (Debelak & Lafdi, 2007). Además se conoce que el grafito expandido tiene una buena afinidad por compuestos orgánicos como el naftaleno y polímeros como la celulosa, por lo que puede contener algunos monómeros y polímeros en sus poros o celdas. (Soheilmoghaddam et al., 2014)

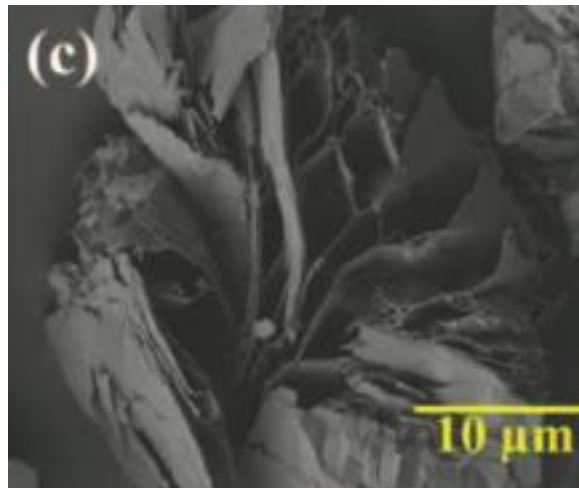


Gráfico 1. Nanopartícula de grafito exfoliado

1.1.1.3 Exfoliación electroquímica del grafito

Existen diversos métodos de obtención del exfoliado de grafito, en función de la forma en la que éste se encuentra, es decir, en materiales que tienen este material

como bloque elemental (exfoliación mecánica, exfoliación química y reducción de óxido de grafito) y a partir de átomos de carbono procedentes de moléculas orgánicas (deposición química de vapor, crecimiento epitaxial). **(Paz, 2018)**

Sin embargo, se ha desarrollado un método electroquímico que cuenta con algunas ventajas como, la facilidad de ejecución y control del proceso de síntesis, además de ser un proceso rápido cuyos insumos y equipos tienen costos accesibles aparte de que no se emplean reactivos agresivos para el medio ambiente. **(Sumba, 2018)**.

Se precisa de grafito el cual actúa como ambos electrodos (ánodo y cátodo), el cual se conecta a una fuente de voltaje y sumergido en soluciones de ácidos o sales inorgánicas que actúan como electrolitos, tales como ácido sulfúrico (H_2SO_4), ácido fosfórico (H_3PO_4), cloruro de amonio (NH_4Cl), sulfato de sodio (Na_2SO_4), nitrato de sodio ($NaNO_3$), sulfato de potasio (K_2SO_4), perclorato de sodio ($NaClO_4$). Al aplicar voltaje, los iones de carga opuesta se atraen introduciéndose en las capas externas del grafito colocado en el polo positivo y causan la expansión y consecuente separación de láminas del mismo, obteniéndose el material exfoliado. **(Flores, Guerrero, Guerrero, & González, 2019)**

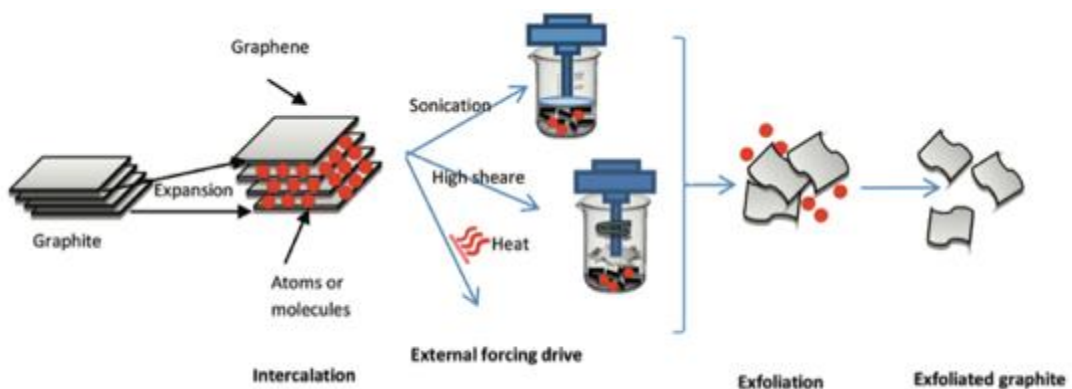


Gráfico 2. Proceso de exfoliación del grafito

Otra de las ventajas es la obtención de un producto de relativamente alta calidad, con un nivel de oxidación ajustable mediante el uso de agentes reductores. No obstante, también se ha reportado que, para obtener un mayor porcentaje de exfoliación, se pone en contacto con el electrolito únicamente el electrodo de grafito a exfoliarse,

observando que, las láminas de buena calidad del exfoliado flotaron hasta la parte superior del electrolito, mientras que el grafito parcialmente exfoliado precipita y continuará exfoliándose siempre y cuando el electrodo sea introducido desde la parte inferior de la celda. **(Yu, Lowe, Simon, & Zhong, 2015)**

Tradicionalmente, el carbón activado se utiliza para la purificación del agua con partículas en el rango de 1 mm, es conocido además que los materiales a base de carbono se usan ampliamente en la purificación del agua debido a su excelente desinfección microbiana, gran superficie de adsorción y capacidad para eliminar contaminantes orgánicos e inorgánico; de manera que el grafito exfoliado se ha mostrado como adsorbente para la eliminación de colorantes orgánicos halogenados de las aguas residuales domésticas **(Mohanraj et al., 2020)**, también posee capacidad de adsorción Cromo y fenol presentes en efluentes industriales **(Tichapondwa et al., 2018)** además de metales pesados como Plomo y Cadmio, demostrando que el exfoliado de grafito además de su sencillo método de obtención, tiene una tasa de adsorción de plomo muy alta, a diferencia de los materiales relacionados con el grafeno, el cual a pesar de su rápida cinética y alta capacidad de adsorción, su aplicación aún presenta varias dificultades como el costo y la complejidad del proceso de fabricación **(Thuong et al., 2019)**, y de presentar dificultad al momento de recuperar el material adsorbente de la muestra de agua. **(Santhosh et al., 2015)**

1.1.2. Agua

El Ministerio del Ambiente, (2014), en base a la Norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes al recurso agua, determina los principios básicos y enfoque general para el control de la contaminación del agua, las definiciones de términos importantes y competencias establecidas por la ley, los criterios de calidad de las aguas para sus distintos usos, los límites permisibles, disposiciones y prohibiciones para las descargas en cuerpos de aguas o sistemas de alcantarillado, los parámetros de monitoreo de las descargas a cuerpos de agua y sistemas de alcantarillado de actividades industriales o productivas, de servicios públicas o privadas, métodos y

procedimientos para determinar parámetros físicos, químicos y biológicos con potencial riesgo de contaminación del agua, a continuación en la tabla 1 se detallan los límites establecidos por las normas TULSMA.

Tabla 1. Límites de descarga al sistema de alcantarillado público Tabla 8 TULSMA

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Aceites y grasas	Sustancias solubles en hexano	mg/l	70,0
Demanda Bioquímica de Oxígeno (5 días).	DBO ₅	mg/l	250,0
Demanda Química de Oxígeno.	DQO	mg/l	500,0
Sólidos Sedimentables.		mg/l	20,0
Sólidos Suspendidos Totales.	SST	mg/l	220,0
Sólidos Totales.	ST	mg/l	1600,0

Fuente: Ministerio del Ambiente, 2014

1.1.2.1 Aguas residuales

“Reciben el nombre de aguas residuales aquellas cantidades de agua que han sido aprovechadas en distintas actividades humanas (domésticas, agropecuarias, industriales, etc.) y como resultado su calidad se ve deteriorada. Esto representa un peligro y es un impedimento para su posterior uso en otras actividades (reúso), a menos que estas sean sometidas a previos procesos de tratamientos”. (**Álvarez Pinzón, 2017**)

Aguas Residuales Domésticas (ARD): Son las procedentes de los hogares, así como de las instalaciones en las cuales se desarrollan actividades industriales, comerciales o de servicios y que correspondan a:

- Descargas de los retretes y servicios sanitarios.
- Descarga de los sistemas de aseo personal (duchas y lavamanos), de las áreas de cocinas, de las pocetas de lavado de elementos de aseo y lavado de

paredes y pisos y de lavado de ropa (no se incluyen las de los servicios de lavandería industrial).

Aguas Residuales no Domésticas (ARnD): Son las procedentes de las actividades industriales, comerciales o de servicios distintas a las que constituyen aguas residuales domésticas. **(Huang et al., 2015)**

Ya que el recurso del agua no es renovable si no se trata correctamente se debe tomar en cuenta su reutilización, además de que reduce el impacto del consumo de energía en los sistemas de tratamiento de agua, también reduce las emisiones de gases de efecto invernadero; existen algunas alternativas en la industria que permite minimizar el desecho de aguas residuales como por ejemplo, se ha demostrado que la digestión anaeróbica elimina ciertos inhibidores, como el nitrógeno, el amoníaco y los metales en el agua, de manera que las aguas residuales se pueden usar para la fermentación del ácido láctico. A escala piloto e industrial, se ha observado que la reutilización directa de las aguas residuales del baño de curtido durante el curtido de la industria del cuero no compromete la calidad de los productos de cuero. **(Zhang et al., 2020)**. Existen muchos usos posibles para el agua recuperada, así como en la agricultura, usos urbanos no potables como lavaderos, aseos, lavado de calles, limpieza, jardines, parques, climatización, combate incendios forestales, en la industria para refrigeración, alimentación de calderas, en la construcción para la mezcla de materiales, limpieza de maquinaria, entre otros. **(Melián-Navarro & Fernández-Zamudio, 2016)**

Las aguas residuales de las lavadoras de autos contienen materia orgánica, hidrocarburos totales, detergentes, tensoactivos, metales pesados, aceites y sólidos suspendidos totales, los cuales pueden ocasionar una contaminación irremediable por su toxicidad y potencial de bioacumulación, dañando la flora y fauna acuática **(Molina, 2016)**. Las lavadoras y lubricadoras de carros generan aguas residuales cuyas concentraciones oscilan entre los 300 y 600 mg/L que contienen principalmente detergentes los cuales se adhieren a las grasas y aceites, componentes que no son biodegradables y al crear una película en la superficie del agua, éstos no permiten un intercambio adecuado de gases entre el agua y el aire lo que provoca una

reducción del oxígeno disuelto disminuyendo la calidad del recurso hídrico. (**Acosta, Morales, & Sánchez, 2018**)

Los tensoactivos o surfactantes provocan que en el agua se formen espumas lo cual induce toxicidad en el efluente además de que estos contaminantes requieren oxígeno (**Espíndola, 2011**). En cuanto a los sólidos disueltos, representan a sales disueltas, minerales y metales contenidos en el agua y es un buen indicador de la calidad del agua la cual tendrá un aspecto turbio cuando existe gran concentración de sólidos disueltos, afectando también su sabor (**Jácome, 2014**), es importante el control de este parámetro ya que puede formar depósitos de fango y como consecuencia dañar la vida de las especies acuáticas al limitar su proceso de fotosíntesis. Mientras que, los metales pesados en aguas residuales son el resultado de las actividades industriales, que al no ser tratado adecuadamente, estos compuestos pueden ser peligrosos porque no son biodegradables y porque su toxicidad afecta la calidad del suelo y las plantas; las complicaciones de los metales pesados se deben a sus efectos bioacumulativos, ya que pueden dañar la salud en concentraciones superiores a las recomendadas. (**Pérez, 2021**)

1.1.3. Carbón activado

El término “carbón activado” se refiere a carbones muy porosos producidos a partir de materiales ricos en carbono, mediante diversas formas de activación química o física (**Rouquerol et al., 1999**). La obtención de carbones activados a partir de material lignocelulósico es ampliamente usada en la industria química debido al bajo costo y a la abundancia de este tipo de materiales en la naturaleza. Además, este tipo de precursores es muy importante porque permite la obtención de carbones activados con porosidad variada dependiendo de las condiciones de preparación, como temperatura y tiempo de activación (**Vargas et al., 2008**). Para la preparación de carbones activados el material es calcinado (carbonización) y luego sometido al proceso de activación, lo cual conduce a aumentar la porosidad y la capacidad de adsorción del material carbonizado mediante tratamientos de oxidación parcial de los grupos funcionales de la superficie del sólido (**Cortés et al., 2008; Rouquerol et al.,**

1999; Figueredo et al., 1999). Antes de conocer el uso del carbón activado como tal, existen evidencias del uso del carbón vegetal como material adsorbente, incluso solo con el uso de maderas ligeramente quemadas. **(Acosta et al. 2016)**

Estudios revelan que el carbón activado se usa como adsorbente de cadmio, cromo y plomo, sin embargo presenta ciertas limitaciones en el proceso de adsorción de dichos metales, como la porosidad del adsorbente, la acidez superficial del carbón, el pH de la solución **(Sun-Kou et al., 2014)**, dependiendo también del área superficial y los grupos funcionales de superficie, mostrando la mejor adsorción en un medio con pH ácido **(Bhole & Ramteke, 2011)**. Por otro lado, el grafeno tiene las características de una gran superficie específica, un tamaño de partícula pequeño y una alta eficiencia de adsorción de iones de metales pesados en agua debido a sus grupos -COH, -COOH, -C-O y otros grupos con capacidad quelante de iones de metales pesados. Sin embargo, a pesar de las propiedades únicas del grafeno, todavía existen ciertas desventajas, como las nanoláminas de grafeno se apilan más fácilmente entre sí a través mediante interacciones de van der Waals, lo que afecta la exposición del sitio limitando así su rendimiento de adsorción **(Kong et al., 2021)**. En cuanto al grafito exfoliado como se ha mencionado ha mostrado buena capacidad de adsorción y alta eficiencia para la eliminación de plomo en aguas residuales, tomando en cuenta el pH al que se somete la solución, las características de su superficie, parámetros que se controlan durante el proceso de tratamiento de exfoliación. **(Radu et al., 2014)**

1.1.4 Caracterización de exfoliados de grafito

Espectroscopía UV/VIS

La espectrometría o espectrofotometría UV/VIS es una técnica analítica que permite conocer la concentración de un compuesto, mediante la absorción de radiación electromagnética y luz por parte de las moléculas a una longitud de onda determinada, la eficiencia con la que se absorbe la luz depende de las condiciones del medio y de la estructura del compuesto analizado, de modo que esta técnica representa un instrumento para la caracterización de biomoléculas. Los metales

pesados se pueden determinar mediante técnicas colorimétricas porque la intensidad del color representa con precisión la concentración del metal en el agua. Para esta técnica, se debe iniciar una reacción química entre el metal y el complejo que produce las especies coloreadas, y se debe comparar la intensidad del color con una solución estándar, o medir la concentración por espectroscopía UV/VIS. La aplicación de este método depende de las interferencias que puedan estar presentes, si las hay, deben ser eliminadas durante la etapa de preparación de la muestra, y si no pueden ser eliminadas, se debe seleccionar otra técnica analítica. **(Ibáñez, Arcos, & Narvaez, 2021)**

Espectroscopía infrarroja (FT-IR)

En cuanto a la espectroscopía infrarroja (FT-IR), **Aguire (2015)**, afirma que al enfocarse en las frecuencias vibraciones específicas de cada grupo funcional, es altamente efectiva como identificar especies moleculares. La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) es una técnica utilizada para obtener huellas dactilares moleculares de muestras biológicas mediante la absorción de ondas infrarrojas basadas en los enlaces químicos y estructurales de las moléculas, proporcionando información sobre biomoléculas como ácidos nucleicos, carbohidratos, proteínas y lípidos a través de una serie de bandas de grupos funcionales identificables en la región electromagnética del infrarrojo medio. Varios autores informan aplicaciones potenciales de la espectroscopia FTIR en sistemas biológicos, incluidos estudios de citología, histología y microbiología, así como diagnósticos clínicos combinados con técnicas computacionales. **(Mata-Miranda et al., 2017)**

1.1.5 Isotermas de adsorción

La adsorción se describe por isotermas, estos indican como las moléculas adsorbidas están distribuidas en las dos fases de la dilución (líquida y sólida), esto ocurre cuando el proceso alcanza el punto de equilibrio molecular. Varios modelos expresan

la adsorción pero los más utilizados para poder entender este fenómeno son los propuestos por Langmuir y Freundlich. **(Rivas, Núñez, Longoria, Gonzalez, 2014)**

Para determinar la cantidad de contaminante en el material adsorbente ($\text{mg}_{\text{contaminante}}/\text{g}_{\text{material adsorbente}}$) se emplea la siguiente ecuación, donde V es el volumen de muestra de agua, M es igual a la cantidad de adsorbente utilizado y C_0 y C_f son las concentraciones iniciales y finales del contaminante.

$$q = \frac{V(C_0 - C_f)}{M}$$

Para continuar con el ajuste al modelo de la Isoterma de Langmuir, en la que se grafica C_f/q vs C_f , mediante su ajuste lineal se obtiene la pendiente que corresponde al valor de q_{max} y el corte del eje y que corresponde al valor de K_L (constante de la isoterma), representado por la siguiente ecuación:

$$\frac{c}{q} = \frac{1}{q_{max}K_L} + \frac{c}{q_{max}}$$

En la isoterma de Freundlich se grafica $\log q$ vs $\log C_f$, mediante su ajuste lineal se obtienen los valores de n que se muestra en la pendiente y el valor de K_F (constante de la isoterma) de que corresponde al valor del corte en el eje y . Este modelo esta representado por la siguiente ecuación:

$$\log q = \log K_F + n \log c$$

(Ramírez, et al., 2014)

El coeficiente de partición se define como el cociente entre la relación entre una especie química o soluto entre dos medios en equilibrio, los cuales pueden estar formados por compuestos inmiscibles debido a diferencia de densidades o su naturaleza misma. En el caso de usar sustancias ionizadas es imprescindible ajustar el pH o usar una solución *buffer* en la fase acuosa de manera que no la sustancia se disocie. **(Bannan et al., 2016)**

1.2 Objetivos

1.2.1. Objetivo General

Identificar el efecto del material exfoliado extraído del electrodo de grafito de pilas recicladas, en la calidad del agua residual de la lavadora de carros “Lavadora Express” ubicada en la ciudad de Ambato.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Exfoliar electroquímicamente el grafito proveniente de pilas D2 usadas.
- Caracterizar el exfoliado de grafito producto de la síntesis mediante espectrofotometría infrarroja (FT-IR) y UV/VIS.
- Comparar la adsorción de plomo del exfoliado de grafito frente a carbón activado.

1.3 Hipótesis

H0: el exfoliado de grafito no mejora la calidad del agua residual proveniente de la lavadora de carros “Lavadora Express” ubicada en la ciudad de Ambato

H1: el exfoliado de grafito si mejora la calidad del agua residual proveniente de la lavadora de carros “Lavadora Express” ubicada en la ciudad de Ambato.

CAPÍTULO II

METODOLOGÍA

2.1. Materiales

2.1.1. Material reciclado

Se recolectaron pilas alcalinas tipo D2.

2.1.2. Material de laboratorio

- Vasos de precipitación
- Matraz Erlenmeyer
- Papel filtro
- Filtro microfibras de vidrio GF1 (GFA) 47mm PK/100 CHM
- Espátula
- Micropipetas
- Tubos Eppendorf
- Botellas ámbar
- Tubos de ensayo
- Gradilla
- Papel aluminio
- Cinta adhesiva
- Rotulador

2.1.3. Equipos

- Equipo electrolítico
- Estufa, BINDER
- Bomba de equipo de filtrado WELCH
- Horno de calcinación (MUFFLA) BIOBASE

- Equipo de absorción atómica con horno de grafito y lámparas para detección de minerales (PG Instruments Espectrofotómetro de Absorción Atómica Aa500)
- Equipo horno microondas para digestión de muestras ETHOS UP MILESTONE CONNECT
- Floculador de 4 jarras VELP SCIENTIFICA
- Medidor de ph y conductividad FISHER SCIENTIFIC
- Plato de calentamiento con Agitador Magnético Corning
- Plato de calentamiento con Agitador Magnético IKA A70
- Centrifuga (SPECTRAFUGE 24 D LABNET)
- Balanza analítica RADWAG
- Baño ultrasónico BRANSON 2800
- Espectroscopia Infrarroja Transformada de Fourier (FTIR) PERKIN ELMER
- Turbidímetro LA MOTTE
- Equipo para medir DBO Oxitop WTW
- Incubadora LAB INCUBATOR MODEL: IN010
- Espectrofotómetro UV/VIS
- Fotómetro multiparamétrico HANNA HI 83399
- Reactor COD HANNA INSTRUMENTS
- Medidor de conductividad
- pHmetro

2.1.4. Reactivos

- Agua destilada
- Etanol
- Ácido sulfúrico (PM=98.079 g/mol)
- Nitrato de plomo (PM=331.2 g/mol)
- Ácido nítrico (PM=63.01 g/mol)
- Dicromato de potasio ((PM=294.185 g/mol)
- Nitrato de plata (PM=169.87 g/mol)
- Ftalato ácido de potasio (PM= 204.22 g/mol)

2.1.5. Ubicación

- Laboratorios Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología, Universidad Técnica de Ambato

2.2. Metodología

Se usaron pilas alcalinas D2, las cuales contienen una barra de grafito a manera de cátodo, siendo éstas la fuente inicial para proseguir con la obtención del exfoliado.

2.2.1 Exfoliación electroquímica

Se inició con la extracción y pesado del grafito de las pilas D2 recolectadas, posteriormente se preparó una solución de ácido sulfúrico con una concentración de 0,5 M, la cual se colocó en una celda electroquímica donde se conectaron los electrodos a una fuente de 12 voltios, teniendo especial precaución de que las pinzas que sostienen los electrodos no toquen la solución (Anexo 1), ya que podría interferir con el proceso de electrólisis, además de que éstas se oxidan al estar en contacto con la solución; se realizó la exfoliación y se pesó el remanente de grafito. Para continuar con la filtración, un equipo de filtración al vacío, en donde se lavó el material exfoliado 2 veces con agua destilada para eliminar el ácido (Anexo 2). Se dispersó el material exfoliado en agua destilada y se llevó al baño de ultrasonido por 90 minutos a 250 MHz; por último se centrifugó a 3500 rpm por 30 minutos, obteniendo una lámina en la superficie (sobrenadante) (**Sumba, 2018**). Para eliminar el agua y obtener un peso exacto del exfoliado, se secó en una estufa a 120°C por 2 horas y se almacenó en forma sólida (polvo) (Anexo 3).

Caracterización de exfoliado de grafito mediante espectrofotometría UV/VIS

Se realizaron dos diluciones 1:100 y 1:10 usando agua destilada, tomando 3 ml de tinta de exfoliado y colocando en una celda de cuarzo, para realizar las mediciones se

usó agua destilada como blanco continuando con la lectura a una longitud de onda de 245 a 500 nm. (Ger, 2016)

Caracterización de exfoliados de grafito mediante FT-IR

Se inició limpiando el disco (donde se coloca la muestra) y torque con etanol, es imprescindible realizar un “*background*” para comprobar que no haya ningún residuo o contaminación en el equipo, y de esta manera proceder a colocar una pequeña cantidad del grafito exfoliado en el centro del disco, ajustando el torque hasta que suene y se realizó la medición en el programa *Spectrum*. Como paso final se retiró todo el material que se había colocado y se limpió nuevamente con etanol, hasta que al realizar nuevamente el “*background*” dé una lectura de cero. (Colom et al., 2020)

2.2.2 Recolección de muestra de agua residual de lavadora de carros

Es importante lavar bien los recipientes y enjuagar con agua destilada para retirar cualquier contaminante que pueda afectar la muestra, se realizó la recolección del agua residual en la lavadora de carros “*Lavadora Express*” en donde se llenó el recipiente en su totalidad con la muestra de interés, en cada botella se colocó su respectiva rotulación donde constaba el tipo de muestra, fecha y lugar de recolección para proceder a almacenar en un *cooler* a un temperatura aproximada de 5°C, para ser transportada al laboratorio para su análisis. (Sánchez, 2017)

2.2.3 Parámetros físico-químicos del agua residual

Para la determinación de los parámetros del agua residual y tratada con los adsorbentes se utilizaron métodos estándar descritos por (APHA, 2005).

2.2.3.1 Sólidos totales

Se colocó una cápsula de porcelana limpia en una mufla a 550 °C por una hora, se enfrió llevando al desecador para posteriormente pesar y transferir 25 ml de la muestra, se llevó a la estufa a 98 °C para evaporar el agua y finalmente se mantuvo a una temperatura entre 103 – 105 °C por una hora. Después de enfriar el recipiente en el desecador y pesar. Se realizaron los cálculos, dónde:

A = peso cápsula + la muestra (g)

B = peso cápsula (g)

$$Sólidos (g/l) = \frac{(A - B) \times 1000}{ml (muestra)}$$

2.2.3.2 Sólidos volátiles totales

En una cápsula de porcelana se colocaron 50 ml de agua residual la cual se sometió a una temperatura entre 103 - 105 °C. Se pesó la cápsula y se llevó a la mufla a 550 °C por 2 horas. Transcurrido este tiempo aún no se debe abrir la mufla ya que es importante dejar enfriar parcialmente dentro del equipo para evitar que el material se rompa, para alcanzar la temperatura ambiente se transfirió a un desecador (Anexo 4), se pesó y por último se realizaron los cálculos, dónde:

A = Peso de la cápsula más residuo antes de ignición (g)

B = Peso de la cápsula más residuo después de ignición (g)

$$SVT (mg/l) = \frac{(A - B) \times 10^6}{ml (muestra)}$$

2.2.3.3 Sólidos totales suspendidos

Se colocó el papel filtro en un equipo de filtración al vacío por donde se filtraron 20 ml de agua destilada, los sólidos de interés permanecen en el filtro de manera que se

secó el mismo a 103 – 105°C durante una hora, se traspasó al deseador por 30 min y se pesó; de la misma manera se filtraron 50 ml de la muestra.

Finalmente, se secó el filtro un en una estufa a 103 – 105 °C (Anexo 5), para colocar en el deseador, pesar y realizar los cálculos, dónde:

A = peso filtro + residuo (g)

B = peso filtro (g)

$$SST (mg/l) = \frac{(A - B) \times 10^6}{ml (muestra)}$$

(INMEVAR, 2003)

2.2.3.4 pH

La medición del pH se realizó con ayuda de un pH-metro calibrado, introduciendo el electrodo dentro de la muestra teniendo cuidado de que no toque el recipiente y finalmente se lavó el electrodo con agua destilada.

2.2.3.5 Conductividad

En cuanto a este parámetro se realizó la medición con un medidor de conductividad calibrado, introduciendo el electrodo dentro de la muestra teniendo cuidado de que no toque el recipiente y se lavó el electrodo con agua destilada.

2.2.3.6 Color verdadero

Es necesario filtrar la muestra de agua para eliminar cualquier interferencia que pueda existir al ser una muestra contaminada con varios componentes, una vez hecho eso se purgó una celda de cuarzo con la muestra para llenarla completamente con la muestra, se llenó otra celda de cuarzo con agua destilada la cual actuaría como

blanco, se colocó la longitud de onda en 560 nm, se midió primero el blanco y finalmente la muestra de agua residual. (Deloya Martínez, 2006)

2.2.3.7 Turbidez

Este parámetro se realizó con un turbidímetro calibrado, en donde se llenaron los viales con agua destilada la cual fue usada como blanco y otros viales con la muestra.

2.2.3.8 Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)

Se colocaron 300 ml de muestra filtrada en las botellas añadiendo de 2-4 gotas del reactivo alliltiourea para impedir la nitrificación, se añadió el inóculo y se colocaron 2 perlas de hidróxido de sodio en la tapa, finalmente se colocó el equipo Oxitop dentro de una incubadora a 37°C por 5 días (Anexo 6). (Vähäoja et al., 2005)

2.2.3.9 Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Se pesaron 0,085 g de ftalato ácido de potasio, del cual se disolvió en agua destilada aforando a 100 ml, continuando con la disolución de 0,3 g de dicromato potásico en agua destilada aforando a 25 ml, se ajustó el baño maría en 150°C, para añadir los siguientes volúmenes de ftalato de potasio: tubo 1: 0 mL; tubo 2: 0,25 mL; tubo 3: 0,5 mL, tubo 4: 1 mL; tubo 5: 1,5 mL; tubos 6, 7, 8: 1 mL de la solución problema. Se adicionaron 0,8 ml de la solución de dicromato potásico aforando hasta 2,5 ml con agua destilada. Ya que se continuó con la adición de ácido sulfúrico fue necesario trabajar en una campana de extracción, en donde se colocaron 2,5 ml de ácido sulfúrico concentrado en cada tubo, teniendo especial cuidado ya que se produjo una reacción exotérmica, se taparon los tubos, para agitar y colocar en el baño maría por 20 minutos. Finalmente se enfriaron los tubos con agua del grifo para culminar con la medición en el espectrofotómetro UV/VIS a 610 nm, de la muestra

más diluida a la más concentrada, usando agua destilada como blanco. (Harris, 2004)

Además, se realizó la determinación de DQO mediante método rápido de HANNA, con el fotómetro multiparamétrico Hanna HI 83399. De acuerdo con la información técnica del fotómetro se detallan a continuación el rango y la resolución de detección de los parámetros mencionados en la tabla 2.

Tabla 2. Rango y resolución de detección según parámetro de detección

Parámetro	DQO
Rango de detección	0 a 1500 mg/L (como O ₂)
Resolución	1 mg/L

Se tomaron dos muestras, la primera homogénea previamente filtrada y la segunda de agua cruda, se precalentó el reactor a 150 °C, se agregaron 2 ml de muestra en los viales de reactivos COD, se colocaron los viales en el reactor por 2 horas a la temperatura descrita (Anexo 7). Al finalizar el proceso de digestión el reactor sea apagó, antes de que los viales lleguen a temperatura ambiente es necesario invertirlos ya que se formará un precipitado, posteriormente se dejó enfriar completamente, en este punto se evitó agitar los viales ya que las muestras podían volverse turbias. Se seleccionó el método *COD MR 16* para medir primero el blanco (agua destilada) seguido de las muestras de agua residual.

2.2.4 Determinación de isotermas de adsorción de Pb en carbón activado y grafito exfoliado

Ya que el análisis se realizó en dos matrices, la primera de agua destilada y la segunda con el agua residual de lavadora, fue necesario preparar agua residual sintética contaminada con plomo, a partir de nitrato de plomo. Preparar una muestra de 2 mg Pb/L, disolviendo 3,2 mg de Pb(NO₃)₂ en 1 litro de agua destilada, se separaron en diversas botellas alícuotas de 100 ml del agua residual sintética contaminada, para añadir las siguientes cantidades de material adsorbente: 0,05 g /

0,10 g / 0,20 g / 0,30 g / 0,50 g / 0,80 g / 1,00 g / 2,00 g. Se ajustó el pH de la solución a 7, para agitar y dejar bajo obscuridad durante 7 días (Anexo 8).

Transcurrido este tiempo, se filtró la solución (hasta que la turbidez del agua residual sea inferior a 1.0 NTU) para medir la concentración residual del contaminante en la solución. Se repitió este procedimiento con carbón activado y grafito exfoliado.

Para el análisis de adsorción en la segunda matriz, se adicionaron 2 mg Pb/l al agua residual real filtrada, disolviendo 3,2 mg de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ en 1 litro de agua residual filtrada, se prepararon alícuotas de 100 ml del agua residual filtrada contaminada con plomo, repitiendo el procedimiento. Finalmente, se determinó la cantidad de contaminante adsorbido en el material adsorbente, en $\text{mg}_{\text{contaminante}}/\text{g}_{\text{material adsorbente}}$, y el valor de correlación R^2 para determinar a que modelo de isoterma se ajustan de mejor manera los datos. (APHA, 2005)

2.2.5 Determinación de plomo

La determinación de metales pesados en muestras ambientales de agua se realiza mayoritariamente por la técnica de Espectrometría de Absorción Atómica, por su alta sensibilidad, exactitud y adecuada precisión. Sin embargo, esta técnica es disponible en laboratorios especializados (Khan et al. 2005). La Espectrofotometría de metales pesados es el método más utilizado para detectar metales pesados disueltos en agua. Esta técnica se basa en la absorción de energía de los átomos en estado fundamental. La muestra que contiene metales pesados debe ser analizada debe ser procesada por un mechero para conseguir una atomización. Una vez formada la nube atómica por la emisión electromagnética de longitud de onda de los átomos presentes se produce una absorción proporcional a la concentración de los mismos. (Chávez, 2011)

Para la determinación de plomo se utilizó el equipo de absorción atómica con horno de grafito *PG Instruments* Espectrofotómetro de Absorción Atómica AA500 (Anexo 9). Se utiliza las programaciones de temperatura sugeridas en el *Analytical Cookbook PG Instruments*. Se prepararon las rectas de calibración, utilizando patrones comerciales (1000 mg/L) para los metales Pb. Los límites de detección de cada parámetro medido por el equipo según el proveedor son los indicados en la Tabla 3.

Tabla 3. Rango de la recta de calibración y límites de detección

Metal	Plomo
Rango de recta de calibración (ppb)	0-200
Longitud de onda (nm)	283,32
Límites de detección (ppb)	0,03

Fuente: Analytical Cookbook PG Instruments

Se inyecta un volumen de 10 μ L de blanco, estándar y muestra en el equipo AA500 para obtener 5 mediciones de absorbancia para los estándares (Anexo 10) y 3 mediciones para las muestras. (Mañay et al., 2003)

Tabla 4. Programa de temperaturas para detección de plomo

Etapa	Temperatura	Rampa	Tiempo de retención	Absorción	Flujo de gas
1	70	10	10		Alto
2	110	10	10		Alto
3	450	10	15		Alto
4	1800	0	3	Si	Apagado
5	1900	1	2		alto

Fuente: Analytical Cookbook PG Instruments

CAPÍTULO III

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Análisis y discusión de resultados

3.1.1 Peso exfoliado de grafito obtenido

Para el proceso de exfoliación se pesaron los dos electrodos de grafito, teniendo así su peso inicial y peso final, el proceso se repitió hasta obtener una cantidad de 15 gramos aproximadamente, cantidad requerida para realizar las pruebas de adsorción de plomo.

Tabla 5. Peso de exfoliado de grafito obtenido

	Fuente 1		Fuente 2		Fuente 3		Fuente 3	
	Cátodo A	Ánodo A	Cátodo B	Ánodo B	Cátodo C	Ánodo C	Cátodo D	Ánodo D
Peso inicial (g)	4,9094	5,0172	4,9641	4,9866	4,7716	4,7749	4,8968	4,7696
Peso final (g)	4,8597	1,1844	4,9612	1,8597	4,7354	2,1631	4,8908	1,6409
Diferencia	0,0497	3,8328	0,0029	3,1269	0,0362	2,6168	0,006	3,1287
SubTotal	3,8825		3,1298		2,648		3,1347	
TOTAL					12,795			

En la tabla 4, se puede apreciar los pesos obtenidos una vez realizado el proceso de exfoliado de grafito por celdas electrolíticas. El peso total obtenido de 4 fuentes de grafito fue 12,795 g. Es evidente que la electrolisis anódica es la que muestra el más alto consumo de grafito, aportando mayor cantidad de exfoliado, el 99% del exfoliado obtenido proviene del ánodo.

Según Terán, (2019), esto se debe a la reacción anódica se disocia los protones del ácido utilizado como catalizador de reacción, permitiendo el rompimiento de enlaces

covalentes de carbono pertenecientes al grafito, dando como resultado el sobrenadante de color negro que se extrae al filtrar esta solución. Por otro lado, Balasubramaniam, (2016), manifiesta que el incremento de velocidad de reacción del barrido electrolítico que ocurre en el ánodo, se encuentra en la corriente redox, la cual sigue incrementando la capacidad de respuesta del exfoliado de grafito.

3.1.2 Caracterización exfoliado de grafito mediante espectrofotometría UV/VIS

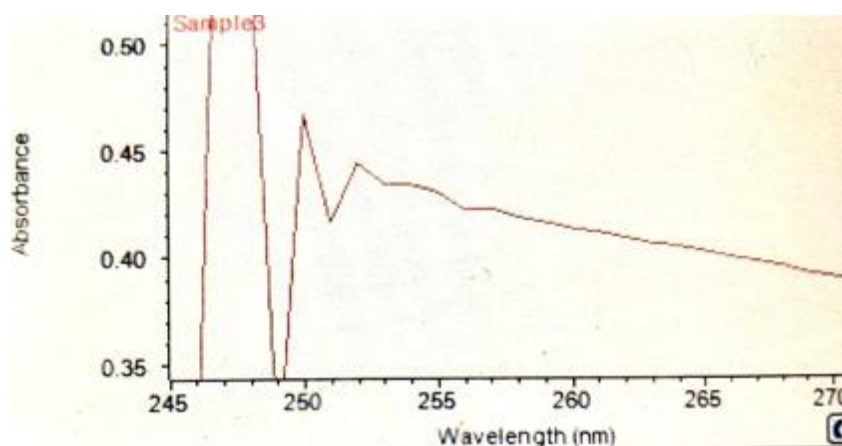


Gráfico 3. Espectrofotometría UV/VIS de exfoliado de grafito

En el gráfico 4 se puede apreciar el comportamiento del exfoliado de grafito frente a la espectrofotometría UV/VIS. El mayor punto de absorbancia está en 248 nm y hay otro pico en 251 nm. Este gráfico muestra la estabilidad que encuentra el grafito exfoliado entre los 247 y los 252 nm de longitud de onda. Es por este motivo que se utiliza esta técnica para determinar la presencia de exfoliado de grafito en solución electrolítica.

Estos resultados se aproximan a lo obtenido por Ger, (2016), donde los espectros UV/VIS presentan un máximo de absorción de 230 nm, desplazándose al visible conforme la muestra se encuentra más reducida. Es por esto que esta técnica nos permite determinar la presencia de grafito exfoliado en la solución.

Por su parte, **Castaño, (2018)**, en su investigación, obtuvo resultados cercanos a la literatura para espectrofotometría UV/VIS para óxido de grafito, con la absorbancia más alta entre 235 y 255 nm, lo que coincide también con los resultados presentados. En definitiva, esta técnica muestra la presencia de un compuesto en base de grafito, por la similitud de los resultados obtenidos con estudios de grafeno y óxido de grafeno, que son resultado de la exfoliación electrolítica de grafito.

3.1.3 Caracterización exfoliado de grafito mediante mediante FT-IR

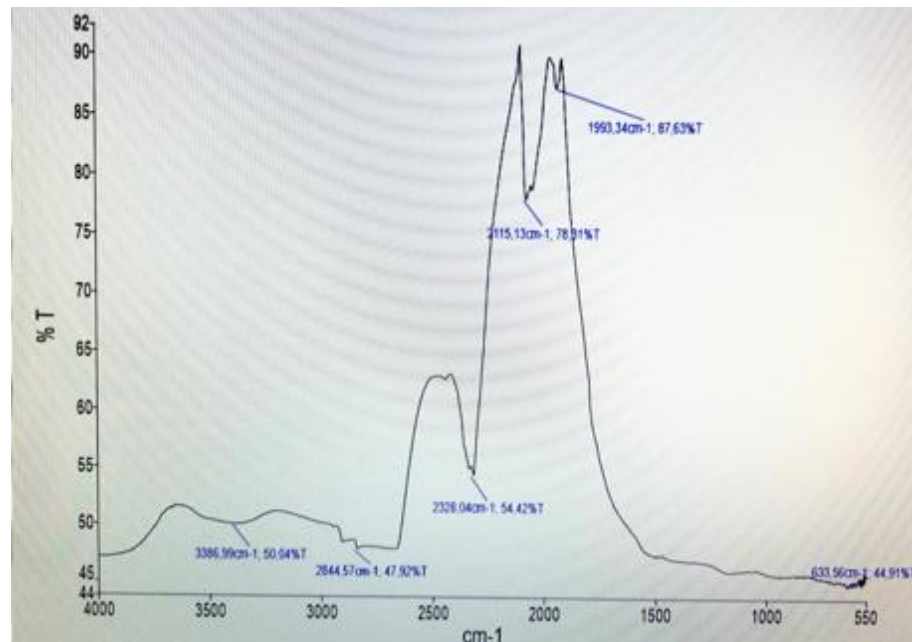


Gráfico 4. Caracterización mediante FT-IR

Para Sumba (2018), la variación obtenida en la caracterización infrarroja, se debe a la acción de grupos funcionales y su movimiento en la velocidad de reacción que se da entre el agua y los iones libres del ácido sulfúrico, con las moléculas de carbono que se desprenden de la exfoliación electrolítica. El oxígeno, el agua y los grupos gráfiticos no oxidados, también contribuyen a este movimiento molecular registrado.

Por su parte Bonilla (2017), expone que, los picos más elevados de absorción responden a la interacción atómica O-H, y también la interacción de grupos carboxílicos ($-\text{COO}-$) en la superficie del exfoliado de grafito desempeñan un papel fundamental en la absorción de plomo.

El gráfico 5 se muestra el espectro infrarrojo de una muestra de las fuentes exfoliadas electroquímicamente a partir de grafito. El primer valor se registra en $3386,99\text{ cm}^{-1}$, las vibraciones de extensión de los enlaces H-O-H se localizan aproximadamente entre 3490 cm^{-1} y 3280 cm^{-1} , aunque también en la misma región también se registran vibraciones correspondientes a grupos N-H, por lo que su identificación no es precisa (Domínguez-Pérez et al., 2019). En la región de 2000 cm^{-1} - 1550 cm^{-1} (región de doble enlace) se obtiene un valor de $1993,34\text{ cm}^{-1}$ el cual corresponde a los enlaces C=C característicos del grafito pues el exfoliado no es más que el las capas del grafito expandidas, o a su vez puede tratarse de una interferencia de dióxido de manganeso proveniente de los componentes de la pila D2 de la cual se extrajo el grafito. (Rosas y Silva, 2016)

3.1.3 Parámetros físico-químicos del agua residual

Tabla 6: Parámetros físico-químicos del agua residual

Agua residual	pH	Conductividad ($\mu\text{s/cm}$)	Color verdadero	Turbidez (NTU)	DQO (mg/L)
Cruda	6,865	514,05	0,05466667	168	1026
Filtrada	-	-	-	16,3	397

Tabla 7. Parámetros físico-químicos del agua residual tratada con carbón activado

	0,05 g	0,10 g	0,20 g	0,3 g	0,5 g	0,8 g	1,0 g	2,0 g
pH	7,07	7,70	7,98	8,22	8,34	7,87	8,70	8,77
Conductividad ($\mu\text{s/cm}$)	329,00	358,80	366,50	424,80	471,90	539,90	562,20	767,40
Turbidez	1,04	0,97	1,09	0,94	1,29	0,93	1,32	3,40
DQO (mg/L)	64,00	87,00	74,00	100,00	106,00	119,00	123,00	90,00
Color	0,008	0,005	0,007	0,008	0,016	0,024	0,028	0,060

Tabla 8. Parámetros físico-químicos del agua residual tratada con grafito exfoliado

	0,05 g	0,10 g	0,20 g	0,3 g	0,5 g	0,8 g	1,0 g	2,0 g
pH	7,65	7,32	7,21	7,16	6,88	6,75	6,41	6,18
Conductividad (µs/cm)	356,90	346,90	343,20	339,30	332,10	330,70	311,20	298,70
Turbidez	2,07	2,95	1,40	1,70	3,06	0,71	3,15	4,50
DQO (mg/L)	26,00	36,00	15,00	28,00	25,00	22,00	19,00	23,00
Color	0,007	0,008	0,005	0,011	0,011	0,006	0,013	0,021

En la tabla 6 se puede apreciar los parámetros físico-químicos del agua cruda y filtrada (para el caso de turbidez y DQO). El parámetro de color verdadero mejora considerablemente al aplicar el tratamiento con exfoliado de grafito con valores menores a 0,0545 unidades de color que se obtuvo del agua residual sin tratamiento. Esto refleja que el agua residual tratada con exfoliado de grafito hace que el agua tenga una mayor transparencia, al disminuir los sólidos en suspensión que originalmente posee el agua residual.

Existen valores altos en lo que respecta a demanda química de oxígeno, de los cuales el agua cruda sin ningún tipo de tratamiento físico o químicos sobrepasa el límite permisible de descargas a efluentes según el **Ministerio del Ambiente, (2014)** el cual establece que dicho límite es de 5 mg/L, sin embargo mediante la filtración se logra reducir este valor pero aún no se encuentra dentro del rango establecido, tomando en cuenta que uno de los parámetros que requiere un agua residual bien tratada, es la cantidad de oxígeno que se mantiene en este tipo de aguas ya que disminuye la cantidad de sustancias que consumen el oxígeno disuelto del agua residual (**Raffo & Ruiz Lizama, 2014**), se evidencia también la gran disminución de esta parámetro con el tratamiento de grafito exfoliado siendo el valor más alto de 0,036 mg/L correspondiente a 0,10 g de concentración del adsorbente.

En comparación con el agua tratada con carbón activado, lo cual se muestra en la tabla 7, indica que el pH tiende a ser más alcalino conforme aumenta la

concentración de este adsorbente, a diferencia del grafito exfoliado el cual mantiene en un pH neutro con una ligera acidificación en las concentraciones más altas. La importancia de este parámetros radica en que una gran variedad de reacciones químicas son necesarias para el correcto desarrollo de organismos acuáticos, al igual que el desequilibrio de pH en el agua puede alterar la concentración de sustancias provocando un desbalance en su nivel de toxicidad. (Valle, 2016)

La conductividad inicial fue 514 $\mu\text{s}/\text{cm}$, luego de ser tratada con carbón activado se obtuvo un mejor resultado 329 $\mu\text{s}/\text{cm}$ con 0,05 g de carbón activado (la menor concentración), pero conforme aumenta la concentración de este material también lo hace la conductividad; a diferencia del agua tratada con grafito exfoliado que mantiene un valor promedio de 332 $\mu\text{s}/\text{cm}$, muy por debajo del límite permisible establecido por el **Ministerio del Ambiente (2014)** que corresponde a 1000 $\mu\text{s}/\text{cm}$. Es importante la evaluación de la conductividad ya que las sales disueltas en el agua y otras sustancias influyen en la vida acuática y los suelos.

3.1.4 Determinación de Isotermas de adsorción de Pb en carbón activado y grafito exfoliado

Lo que respecta a la medición de concentración de plomo se midió a una longitud de onda de 283,31 nm, este análisis se efectuó en dos matrices, en agua destilada y en el agua residual recolectada. En cuanto a la curva de calibración se construyó en base a las siguientes concentraciones detalladas en la tabla 6.

Tabla 9: Curva de calibración de plomo

Estándar	1	2	3	4	5	Absorbancia
Blanco	0,027	0,030	0,029	-	-	0
0	0,033	0,033	0,038	0,030	0,035	0,005
10	0,042	0,045	0,045	0,046	0,050	0,016
20	0,065	0,069	0,068	0,067	0,067	0,038
50	0,160	0,151	0,151	0,155	0,148	0,124

100	0,209	0,213	0,222	0,231	0,220	0,190
200	0,302	0,308	0,312	0,298	0,307	0,276

Los datos presentados en la tabla 7 son de agua destilada contaminada con plomo y tratada con carbón activado,

Tabla 10. Parámetros de determinación de isoterma de adsorción de plomo en agua destilada con carbón activado

Masa CA g	Abs	Concentración (ppb)	Concentración (μ /L) (FD)	c (mg/L)	Isoterma de Langmuir		Isoterma de Freundlich		
					q (mg/g)	c/ q (g/L)	log q	log c	qr (mg/g)
0,05	0,120	60,0	600,20	-	-	-	-	-	-
0,1	0,124	62,1	620,84	-	-	-	-	-	-
0,2	0,174	89,5	894,51	0,89	0,96	0,94	-0,02	-0,05	1,05
0,3	0,215	75,3	752,75	0,75	0,64	1,17	-0,19	-0,12	0,86
0,5	0,144	48,0	479,71	0,48	0,39	1,23	-0,41	-0,32	0,52
0,8	0,122	36,6	366,30	0,37	0,25	1,49	-0,61	-0,44	0,38
1	0,046	15,1	151,07	0,15	0,20	0,76	-0,70	-0,82	0,14
2	0,014	7,2	72,46	0,07	0,10	0,73	-1,00	-1,14	0,06

Con los datos obtenidos se construyó la isoterma de absorción de plomo en agua tratada con carbón activado.

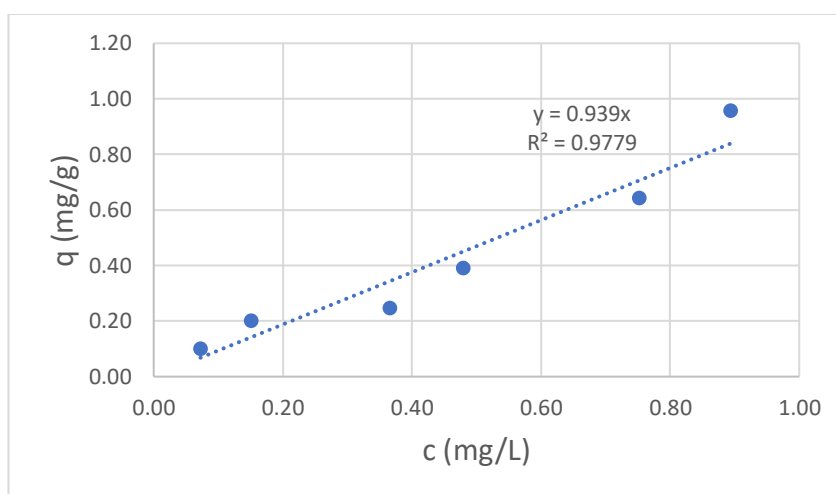


Gráfico 5. Coeficiente de partición en agua destilada con carbón activado

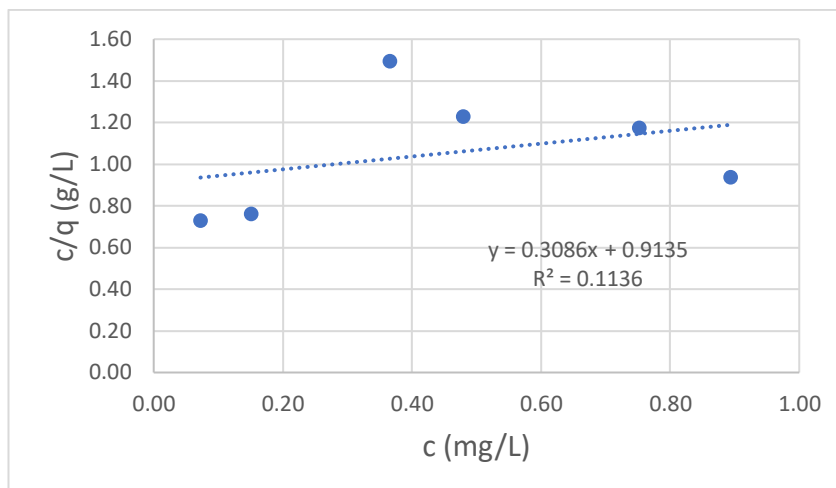


Gráfico 6. Isoterma de Langmuir en agua destilada con carbón activado

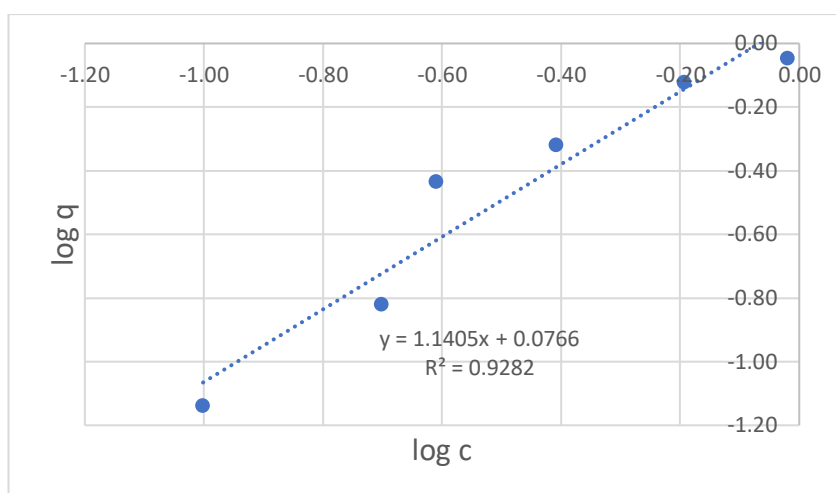


Gráfico 7. Isoterma de Freudlinch en agua destilada con carbón activado

Como se puede apreciar en el gráfico 6 para isotermas de adsorción de Langmuir de agua destilada tratada con carbón activado se evidenció que la mayor adsorción de plomo fue con una concentración de 2 g de carbón activado, sin embargo, existe una correlación de 0,1136, por lo que los resultados obtenidos tienen una confiabilidad mínima por lo que este modelo no se ajusta a los resultados. Por otro lado, el modelo de Isoterma de Freudlinch describe de mejor manera ya que el coeficiente de determinación es de 0,9282; como se puede apreciar en el gráfico 8

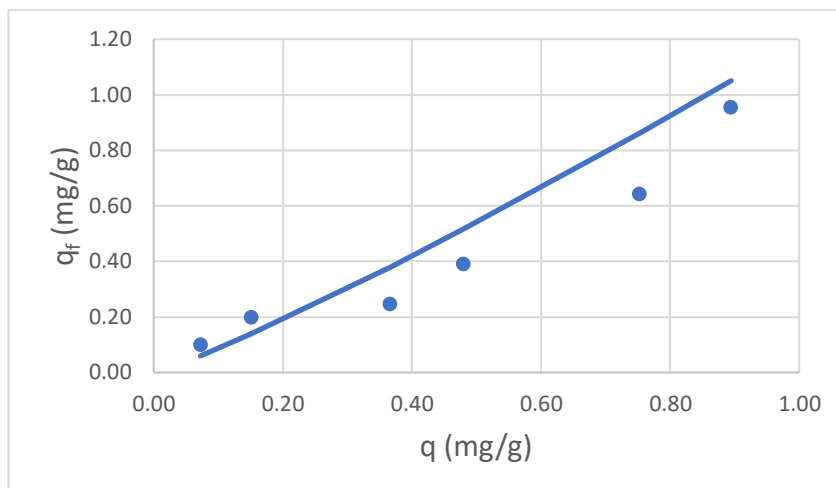


Gráfico 8. Ajuste a la isoterma de Freundlich

Figuroa, Moreno, Hormaza, (2014), afirma que, se asume que no existe uniformidad en la energía de los sitios en la superficie y no hay límite para la carga máxima de adsorción, por lo que muestra una consistencia de distribución exponencial de centros activos propios de superficies heterogéneas.

En la ecuación de la gráfica 8 se obtuvieron los valores de la constante K_F (0,0766) y n (1,1405), dando como resultado valores similares a la concentración de contaminante en el material adsorbente (q) los cuales tienen un efecto en la capacidad e intensidad de adsorción, respectivamente, además de ser indicadores de la favorable retención del plomo sobre la superficie del adsorbente. (**Meza et al., 2010**)

Se realizó el mismo procedimiento en agua destilada tratada, pero en esta ocasión se utilizó exfoliado de grafito, obteniendo los siguientes datos de concentración:

Tabla 11. Parámetros de determinación de isoterma de adsorción de Pb en agua destilada con exfoliado de grafito

Masa EF (g)	Abs	Concentración (ppb)	Concentración (μ /L) (FD)	c (mg/L)	Isoterma de Langmuir		Isoterma de Freundlich		
					q (mg/g)	c/ q (g/L)	log q	log c	q _r (mg/g)
0,05	0,007	2,474	24,74	-	-	-	-	-	-
0,10	0,004	3,137	31,37	0,031	2,00	63,66	0,30	-1,50	0,015
0,20	0,006	2,335	23,35	0,023	1,00	42,78	0,00	-1,63	0,160
0,30	0,007	2,144	21,44	0,021	0,67	31,06	-0,18	-1,67	0,014
0,50	0,006	2,335	23,35	0,023	0,40	17,11	-0,40	-1,63	0,014
0,80	0,007	2,144	21,44	0,021	0,25	11,65	-0,60	-1,67	0,014
1,00	0,008	1,954	19,54	0,020	0,20	10,23	-0,70	-1,71	0,014
2,00	0,006	2,649	26,49	-	-	-	-	-	-

Con los datos obtenidos se construyó la isoterma de absorción de plomo en agua tratado con exfoliado de grafito.

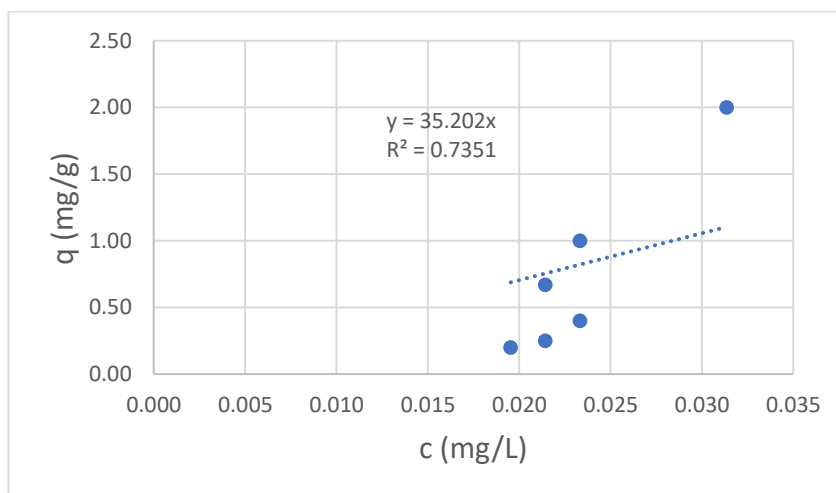


Gráfico 9. Coeficiente de partición en agua destilada con grafito exfoliado

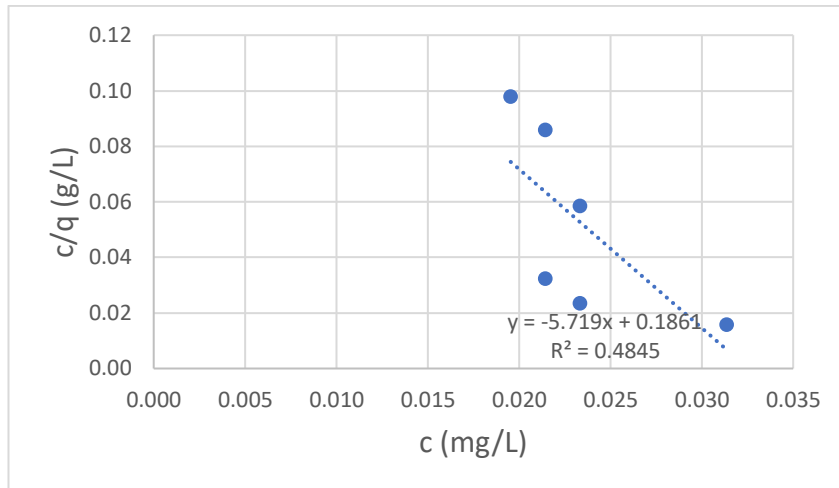


Gráfico 10. Isotherma de Langmuir en agua destilada con grafito exfoliado

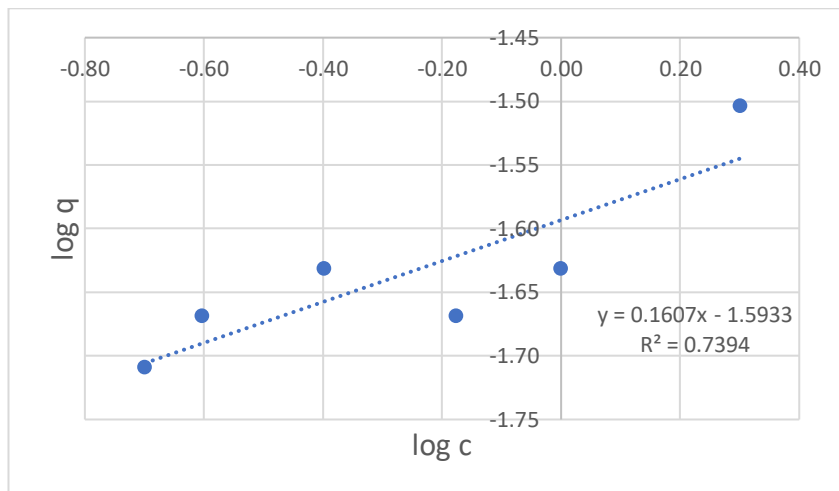


Gráfico 11. Isotherma de Freundlich en agua destilada con grafito exfoliado

En el gráfico 9 se puede observar que posee un valor de correlación de 0,7351; el coeficiente de partición de un elemento indica la relación que existe entre la concentración adsorbida de dicho elemento en una superficie sólida y la concentración remanente en una solución, de manera que es un factor de suma importancia, representando la proporcionalidad lineal entre la concentración final de plomo en agua y la cantidad adsorbida en fase sólida que en este caso corresponde al grafito exfoliado. (Mascioli, Martínez, y Bocanegra, 2022).

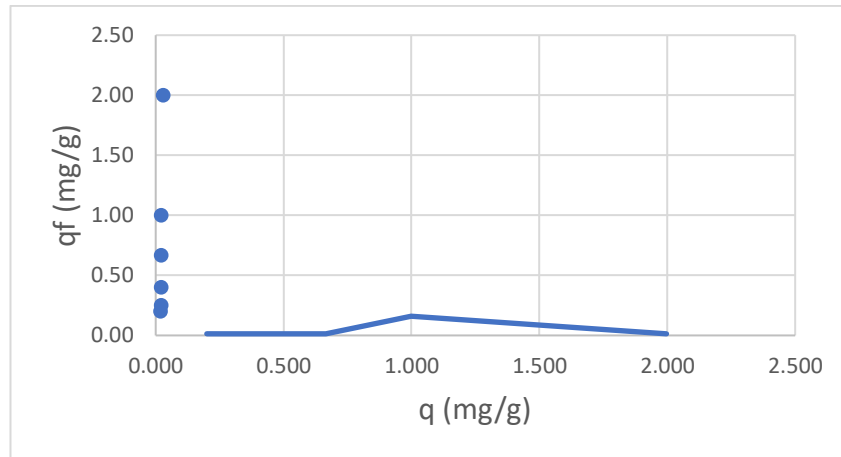


Gráfico 12. Ajuste a la isoterma de Freundlich

Como se puede apreciar en el gráfico 10 para isoterma de adsorción de plomo en agua destilada tratada por grafito exfoliado, en el modelo de Langmuir que a pesar de presentar una correlación de 0,7601, (teniendo mayor confiabilidad que la obtenida con carbón activado) no representa un resultado confiable; no obstante, en el gráfico 11 dicho valor para el modelo de Freundlich es de 0,7394 es el que presenta un valor más alto de R^2 , por lo que se ajusta a esta isoterma. Sin embargo, en el gráfico 12 se expone que a pesar de ser el modelo que mejor describiría la tendencia de datos, no se ajustan de buena manera ya que el q_f y q tienen una variabilidad considerable.

Con relación a la investigación realizada en el agua residual en lo que se refiere al uso de carbón activado se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla 12. Parámetros de determinación de isoterma de adsorción de plomo en agua residual con carbón activado

Masa CA (g)	Abs	Concentración (ppb)	Concentración (μ /L) (FD)	c (mg/L)	Isoterma de Langmuir		Isoterma de Freundlich		
					q (mg/g)	c/ q (g/L)	log q	log c	q_f (mg/g)
0,05	0,20	81,95	819,51	0,82	3,84	0,214	0,584	-0,086	4,17
0,10	0,08	31,80	317,95	0,32	1,97	0,162	0,294	-0,498	1,25
0,20	0,05	18,07	180,72	0,18	0,99	0,182	-0,004	-0,743	0,61
0,30	0,05	17,30	173,00	0,17	0,66	0,262	-0,180	-0,762	0,58
0,50	0,05	21,35	213,48	0,21	0,40	0,539	-0,403	-0,671	0,76
0,80	0,02	5,26	52,61	0,05	0,25	0,211	-0,603	-1,279	0,13
1,00	0,03	10,04	100,43	0,10	0,20	0,505	-0,701	-0,998	0,29
2,00	0,02	7,01	70,09	0,07	0,10	0,703	-1,002	-1,154	0,18

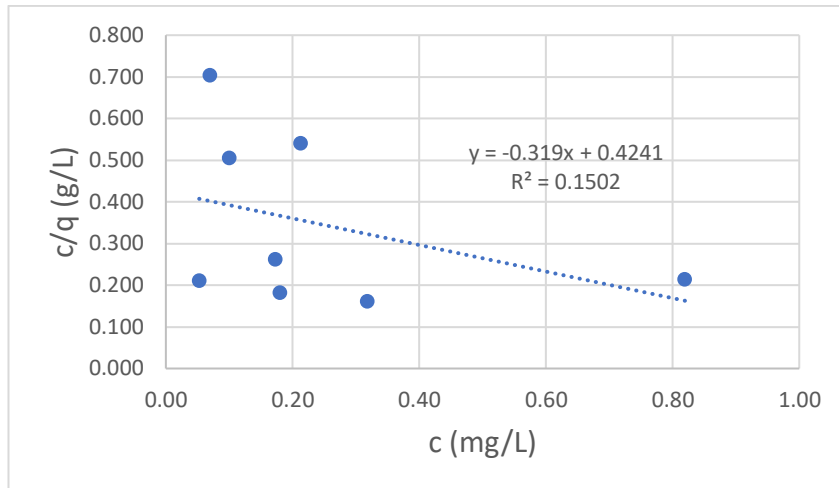


Gráfico 13. Isoterma de Langmuir en agua residual con carbón activado

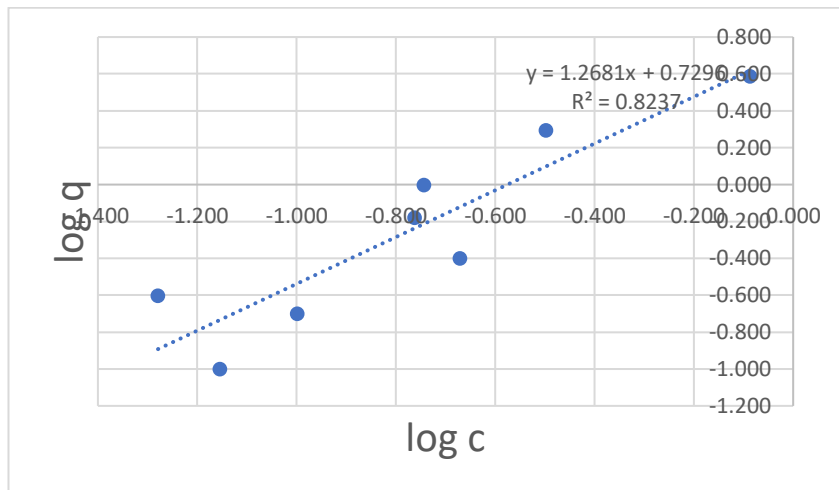


Gráfico 14. Isoterma de Freundlich en agua residual con carbón activado

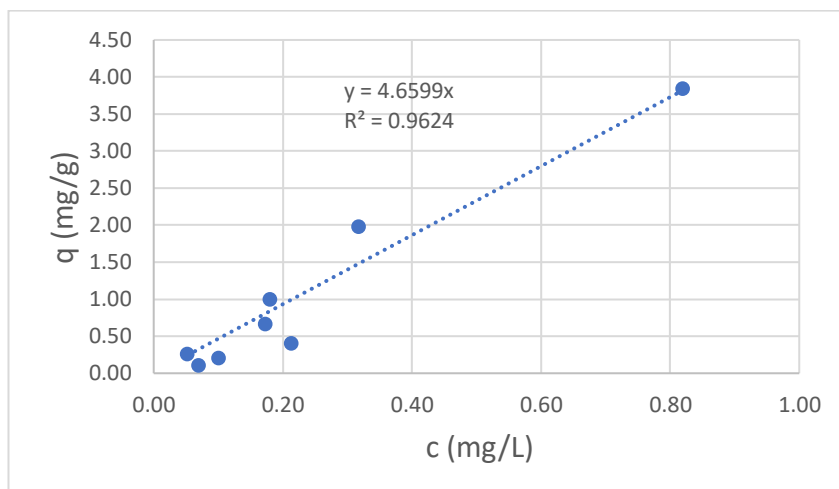


Gráfico 15. Coeficiente de partición en agua residual con carbón activado

Respecto a la adsorción de plomo en agua residual tratada con carbón activado la mejor correlación se presenta en el gráfico 15, observando que mientras aumenta la concentración también aumenta la capacidad de adsorción, sin embargo, puede deberse a que el rango de datos experimentales no fue lo suficientemente amplio como para diferenciar si se ha logrado llegar a una zona de saturación, sino que por el contrario se mantiene en la zona inicial. También se ajusta al modelo de Freundlich ya que al realizar el cálculo de q_f resultan los valores similares al q calculado, aunque en los datos iniciales se notan irregularidades.

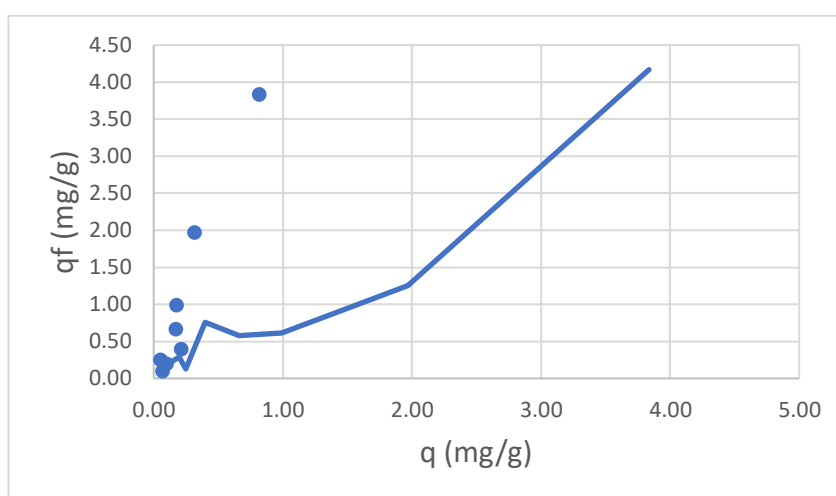


Gráfico 16. Ajuste a la isoterma de Freundlich

Se realizó el mismo procedimiento en agua residual, pero en esta ocasión se utilizó exfoliado de grafito:

Tabla 13. Parámetros de determinación de isoterma de adsorción de Pb en agua residual con grafito exfoliado

Masa EG (g)	Abs	Concentración (ppb)	Concentración (μ/L) (FD)	c (mg/L)	Isoterma de Langmuir		Isoterma de Freundlich		
					q (mg/g)	c/ q (g/L)	log q	log c	qf (mg/g)
0,05	0,143	19,808	198,08	0,20	3,96	0,050	0,598	-0,703	2,46
0,10	0,169	17,221	172,21	0,17	1,98	0,087	0,297	-0,764	1,94
0,20	0,220	10,296	102,96	0,10	0,99	0,103	-0,002	-0,987	0,82
0,30	0,260	13,813	138,13	0,14	0,66	0,209	-0,179	-0,860	1,34
0,50	0,184	4,006	40,06	0,04	0,40	0,100	-0,399	-1,397	0,17
0,80	0,150	5,399	53,99	0,05	0,25	0,217	-0,603	-1,268	0,28
1,00	0,069	5,399	53,99	0,05	0,20	0,271	-0,700	-1,268	0,28
2,00	0,056	3,834	38,34	0,04	0,10	0,384	-1,001	-1,416	0,15

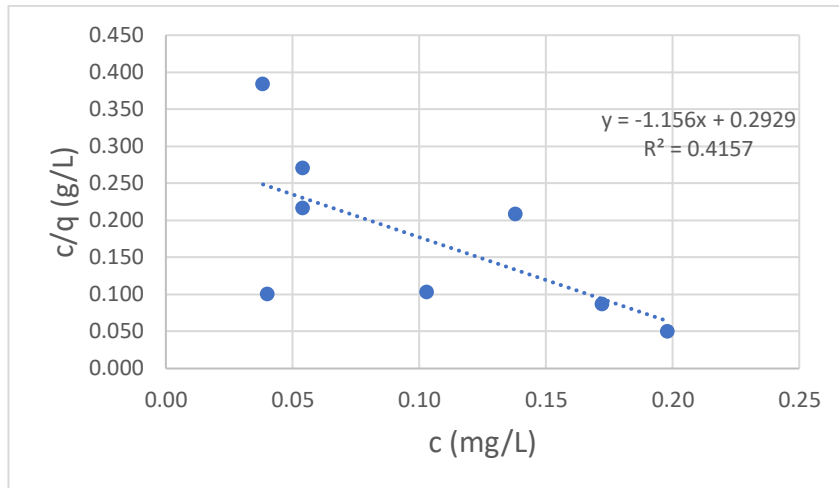


Gráfico 17. Isoterma de Langmuir en agua residual con grafito exfoliado

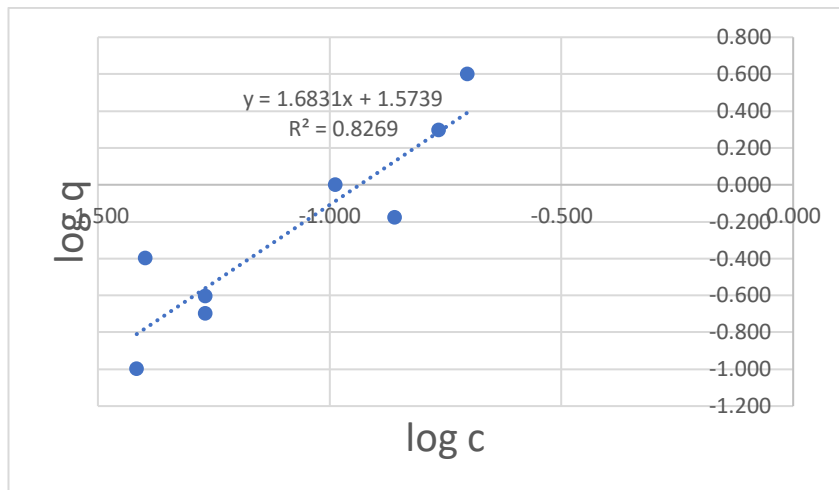


Gráfico 18. Isoterma de Freundlich en agua residual con grafito exfoliado

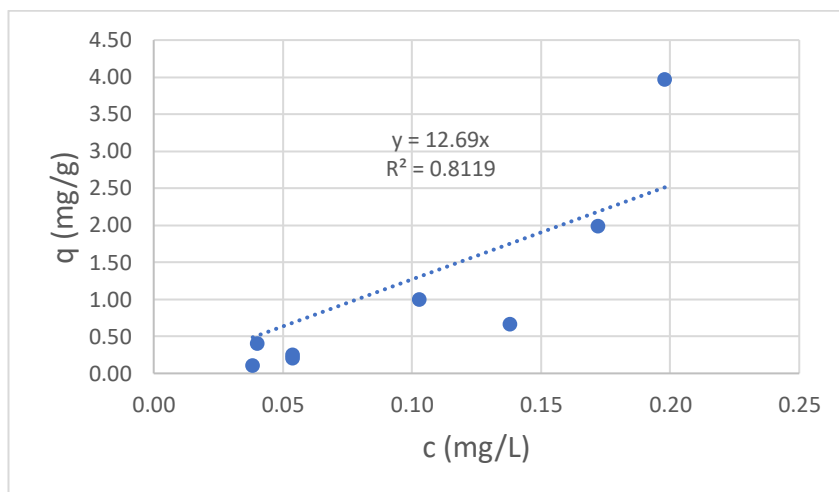


Gráfico 19. Coeficiente de partición en agua residual con grafito exfoliado

En los gráficos 18 y 19 se observa valores mayores de R^2 , predominando el modelo de isoterma de Freundlich, indicando que existe una fuerte interacción entre los centros activos del adsorbente y los iones de plomo. Tshemese et al., (2021), afirma que, el valor de n usualmente muestra el grado de no linealidad, es decir, valores menores que 1 asumen que la adsorción es un proceso químico, además de que cuánto más se acerque este valor a cero indica la heterogeneidad de la superficie del grafito exfoliado.

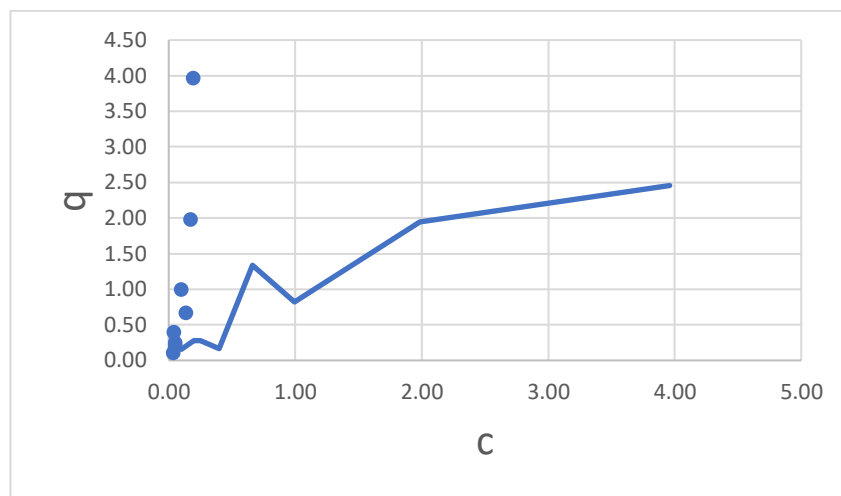


Gráfico 20. Ajuste a la isoterma de Freundlich

Luego de obtener los resultados expuestos en relación a las isotermas de adsorción de plomo, se puede apreciar que los mejores resultados se obtuvieron en agua residual con carbón activado, ya que en este se alcanzó la mejor correlación. Aunque, los valores de adsorción alcanzados con exfoliado de grafito son más elevados según las isotermas detalladas anteriormente los valores de correlación no son tan elevados. Según Giraldo, (2004), la química superficial del carbón activado depende mucho de la cantidad de heteroátomos que contiene y de la gran actividad iónica que existe en la solución.

La cinética de adsorción de plomo depende de la velocidad con que el adsorbato adhiere los átomos de plomo de la solución, además, tiene íntima relación con la presencia de grupos funcionales como los carboxilos, hidroxilos y carbonilos, todos

estos muy comunes en reacciones donde se encuentra de por medio el carbono. **(Bonilla, 2017).**

Por otro lado, Gordón, (2017) manifiesta que, el exfoliado de grafito forma estructuras más finas, uniformes y espaciadas que permiten una mayor capacidad de adsorción de plomo.

3.2 Verificación de la hipótesis

Luego del respectivo análisis de los resultados de esta investigación, se acepta H1, el exfoliado de grafito si mejora la calidad del agua residual proveniente de la lavadora de carros “Lavadora Express” ubicada en la ciudad de Ambato.

CAPÍTULO IV

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 Conclusiones

- A través del método de celdas electroquímicas se pudo obtener el exfoliado de grafito proveniente del grafito de pilas usadas. El peso total obtenido de 4 fuentes de grafito fue 12,795 g. Es evidente que la electrolisis anódica es la que muestra el más alto consumo de grafito, aportando mayor cantidad de exfoliado, el 99% del exfoliado obtenido proviene del ánodo.
- Una vez obtenido el exfoliado de grafito, se lo caracterizo el producto mediante espectrofotometría infrarroja (FTIR) y ultravioleta UV/VIS, en donde se observaron la presencia de grupos funcionales que promueven la adsorción en la superficie del adsorbente.
- Con respecto al comportamiento del exfoliado de grafito frente al carbón activado en lo que se refiere a la adsorción de plomo, el exfoliado de grafito tuvo mayor nivel de adsorción, aunque en general la correlación de los resultados obtenidos con carbón activado tiene mayor confiabilidad, ya que este valor se acerca a 1. En el caso de carbón activado se observó que la concentración disminuye inclusive con la menor cantidad de material añadido, pero se obtuvo la mayor adsorción con 2 g de carbón activado, mientras que el grafito exfoliado se observó que la mayor adsorción se mantiene a partir de 0,5 g, es decir que se requiere de muchos menos cantidad de material adsorbente para remover gran cantidad de plomo.

- El exfoliado de grafito, mejora la calidad del agua residual en todos los parámetros estudiados y observados, a excepción de la turbidez, donde se destaca el carbón activado, no obstante, al tratar el agua residual con el grafito exfoliado se cumplen con los límites permisibles que establece el TULSMA. Esto nos da como referencia de que el exfoliado de grafito puede llegar a ser un importante material para ser utilizado en el mejoramiento de la calidad de aguas residuales, cabe recalcar que al tratar con este material también se eliminó el olor característico del agua residual proveniente de lavadoras de carros.

4.2 Recomendaciones

- Se recomienda el método de celdas electroquímicas de barras de grafito provenientes de pilas recicladas para la obtención de exfoliado de grafito.
- Realizar un tratamiento previo al uso de los electrodos de grafito, ya que las pilas contienen otros elementos que pueden interferir con la caracterización u otros procedimientos experimentales.
- Es necesario profundizar en la investigación de las bondades del exfoliado de grafito, sobre todo desde el ámbito económico, para establecer que tan rentable resulta utilizar este material frente a otras alternativas ya conocidas.

BIBLIOGRAFÍA

- Acosta, R., Morales, F., & Sánchez, R. (2018). Tratamiento de efluentes de lubricadoras y lavadoras de autos mediante un sistema de lodos activados de lechos suspendido a escala de laboratorio. *Ciencia Digital*, 3(1), 78-97. <https://doi.org/10.33262/cienciadigital.v3i1.278>.
- Alcolea, C. (2013). *Obtención de grafeno mediante métodos químicos de exfoliación*. (tesis de pregrado), Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Madrid, España.
- Álvarez, F. (2014). *Preparación de supercondensadores de grafeno por deposición electroforética*. [Tesis de Grado, Universidad Carlos III de Madrid], Madrid, España.
- Balasubramaniam, M. (2016). Método de exfoliación de nanocapas de Grafeno por medio de Tri-Solvente asistido con Ultrasonificación para aplicaciones en Supercapacitores. *National Centre for Nanoscience and Nanotechnology*,.
- Bonilla, H. (2017). Obtención de isothermas de adsorción del Plomo (II) del efluente minero río anticono-cerro de pasco utilizando el carbón activado de cáscara de naranja. *Ciencia & Desarrollo*, Vol 16, 21 (2) 29-36.
- Bravo, C., Osorno, C., & Emmanuel, S. (2016). *Propuesta de un tratamiento para aceites y grasas de las aguas residuales de la microempresa "Productos Verdes" Laboratorio de Biotecnología, Unan-Managua, Marzo-Julio 2016*. [Tesis de Grado, Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua.
- Castaño, M. (2018). *Dopaje de PEDOT: PSS con óxido de grafeno para la fabricación de celdas solares de perovskita*. Bogota: Universidad de los Andes.
- Castro, A., Sepúlveda, S., De La Cruz, W., & Cruz, R. (Septiembre de 2011). Obtención de grafeno mediante la reducción química del óxido de grafito. *Ingenierías*, 14(34-42), Recuperado de <http://eprints.uanl.mx/10469/>.
- Colom, X., Cañavate, J., Lis, M., Sanjuan, G., & Gil, I. (4 de Febrero de 2020). Análisis estructural de Óxidos de Grafeno (GO) y Óxidos de Grafeno reducidos (rGO). *Afinidad*, 77(591), 169.
- Deloya, A. (2006). Métodos de análisis físicos y espectrofotométricos para el análisis de aguas residuales. *Tecnología en Marcha*, 19(2), 31-40.
- Dervin, S., Dionysiou, D., & Pilaai, S. (2016). 2D nanostructures for water purification: graphene and beyond. *Nanoscale*, 8(33), 15115-15131.
- Flores, G., Guerrero, C., Guerreiro, T., & González, V. (2019). Química verde en la síntesis de rGO partiendo de la exfoliación electroquímica del grafito. *Ingenierías*, 22(83), 54-65.
- Ger, V. (2016). *Síntesis electroquímica y caracterización de grafeno a partir de grafito foil*. [Tesis de grado, Universidad Central del Ecuador].
- Giraldo, L. (2004). Determinación de la entalpia de inmersión y capacidad de adsorción de un carbón activado en soluciones acuosas de plomo. *Revista Colombiana de Química*, Vol 22 N°2 87-97.

- Gordón, F. (2017). *Aplicabilidad del composito Goethita/Óxido de grafeno reducido para remover metales pesados de aguas contaminadas*. Quito: EPN.
- Harris, D. (2007). *Análisis Químico Cuantitativo*. Editorial Reverté, S. A.
- Hernández, C., & Quiroz, D. (2015). *Grafeno: estado del arte*. [Tesis de maestría, Centro de Investigación en materiales avanzados, S. C.], Nezahualcóyotl, México.
- INMEVAR. (2003). *Manual de técnicas analíticas para la determinación de parámetros fisicoquímicos y contaminantes marinos (aguas, sedimentos y organismos)*.
<http://www.invemar.org.co/redcostera1/invemar/docs/7010manualTecnicasanaliticas..pdf>.
- Kemp, C., Seema, H., Saleh, M., Le, N., Mahesh, K., Chandra, V., & Kim, K. (2013). Environmental applications using graphene composites: water remediation and gas adsorption. *Nanoscale*, 5(8), 3149.
- Liu, G., Jin, W., & Xu, N. (2015). Graphene-based membranes. *Chemical Society Reviews*, 44(15), 5016–5030 doi:10.1039/c4cs00423j .
- Marín, B., Cadavid, B., Panizzo, L., Lesmes, L., Sanchez, J., Lozano, H., & Franco, A. (Julio de 2003). *Manual de técnicas analíticas para la determinación de parámetros fisicoquímicos y contaminantes marinos (aguas, sedimentos y organismos)*. Obtenido de INVEMAR:
<http://www.invemar.org.co/redcostera1/invemar/docs/7010manualTecnicasanaliticas..pdf>
- Ministerio del Ambiente. (2015). *TULSMA. Libro VI [Anexo 1]. Norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes al recurso agua*.
- Paz, I. (2018). *El grafeno: Posibilidades del grafeno en la arquitectura*. [Tesis de grado, Universidad Politécnica de Madrid], Madrid, España.
- Pérez, A. (2013). *Análisis de aguas. Demanda biológica de oxígeno (DBO)*. Obtenido de http://ftp.murciaeduca.es/programas_educativos/Nuevo1/LIBROETSIA/descrpcion_de_la_prctica8.html
- Rodríguez-Reinoso, F. (2011). Comité internacionnal para la caracterización y la terminología del carbono. *Carbon*, 27, 305-312.
- Romero, M., & Mejillón, M. (2018). *Elaboración de un filtro de barro compuesto de arcilla roja, óxido de grafeno y nanopartículas de la plata para el tratamiento de aguas de Río Chimbo*. [Tesis de Grado, Universidad de Guayaquil], Universidad de Guayaquil, Guayaquil, Ecuador.
- Sánchez, R. (2017). *Análisis de ladrillo triturado como filtro en el tratamiento de aguas residuales provenientes de la lavadora y lubricadora "San Francisco" ubicada en la ciudad de Ambato*. [Tesis de Grado, Universidad Técnica de Ambato]. .

- Sumba, C. (2018). *Obtención de grafeno mediante exfoliación electroquímica de grafito para fabricar sensores de presión usando esponjas de poliuretano*. [Tesis de Grado, Escuela Politécnica Nacional].
- Tascon, J. M. (2007). Materiales del Carbono: estructuras y formas. *Óptica Pura y Aplicada*, 40 (2) 149-159.
- Terán, E. (2019). *Oxidación electroquímica de grafito y su aplicación como soporte de nanopartículas de Pt para la reacción de reducción de oxígeno (RRO) en celdas de combustible*. Morelos: UAEM.
- Velázquez, C. (2020). *Ósmosis directa, una nueva y prometedora tecnología (II): la revolución del grafeno*. CIENCIORAMA.
- Yu, P., Lowe, S., Simon, G., & Zhong, Y. (2015). Electrochemical exfoliation of graphite and production of functional graphene. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 20(5), 329–338 doi:10.1016/j.cocis.2015.10.007 .
- APHA. (2005). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. *Standard Methods*. [https://doi.org/ISBN 9780875532356](https://doi.org/ISBN%209780875532356)
- Bannan, C. C., Calabró, G., Kyu, D. Y., & Mobley, D. L. (2016). Calculating Partition Coefficients of Small Molecules in Octanol/Water and Cyclohexane/Water. *Journal of Chemical Theory and Computation*, 12(8). <https://doi.org/10.1021/acs.jctc.6b00449>
- Bhole, V., & Ramteke, D. (2011). Preferential Adsorption of Heavy Metals on Activated Carbon. *Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research*, 46(2). <https://doi.org/10.3329/bjsir.v46i2.2572>
- Chávez, C. (2011). Detección de metales pesados en agua. *Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica*, 0.
- Debelak, B., & Lafdi, K. (2007). Use of exfoliated graphite filler to enhance polymer physical properties. *Carbon*, 45(9). <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2007.05.010>
- Deloya Martínez, A. (2006). Métodos de análisis físicos y espectrofométricos para el análisis de aguas residuales. *Tecnología En Marcha*, 19(2).
- Domínguez-Pérez, L. A., Lagunes-Gálvez, L. M., Barajas-Fernández, J., Olán-Acosta, M. de los Á., García-Alamilla, R., & García-Alamilla, P. (2019). Caracterización vibracional de grupos funcionales en granos de cacao durante el tostado usando espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier. *Acta Universitaria*, 29. <https://doi.org/10.15174/au.2019.2172>
- Harris, D. C. (2004). *Análisis Químico Cuantitativo 2ª edición*, Ed. Reverte. *Técnicas Avanzadas En Química*.
- Kong, Q., Shi, X., Ma, W., Zhang, F., Yu, T., Zhao, F., Zhao, D., & Wei, C. (2021). Strategies to improve the adsorption properties of graphene-based adsorbent towards heavy metal ions and their compound pollutants: A review. In *Journal of Hazardous Materials* (Vol. 415). <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2021.125690>

- Lee, B. J. (2002). Characteristics of exfoliated graphite prepared by intercalation of gaseous SO₃ into graphite. *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 23(12). <https://doi.org/10.5012/bkcs.2002.23.12.1801>
- Mata-Miranda, M. M., Guerrero-Robles, C. I., Rojas-López, M., Delgado-Macuil, R. J., González-Díaz, C. A., Sánchez-Monroy, V., Pérez-Ishiwara, D. G., & Vázquez-Zapién, G. J. (2017). Componentes Principales mediante Espectroscopia FTIR como Técnica de Caracterización Innovadora durante la Diferenciación de Células Madre Pluripotentes a Células Pancreáticas. *Revista Mexicana de Ingeniería Biomedica*, 38(1). <https://doi.org/10.17488/RMIB.38.1.17>
- Melián-Navarro, A., & Fernández-Zamudio, M. ^a Á. (2016). Reutilización de agua para la agricultura y el medioambiente. *Agua y Territorio*, 8. <https://doi.org/10.17561/at.v0i8.3298>
- Meza, C. L., Del, M., Kou, R. S., & BendeZú, S. (2010). Adsorción De Plomo De Efluentes Industriales Usando Carbones Activados Con H₃PO₄ Adsorption of Lead From Industrial Wastewater Using Activated Carbons With H Po 3 4 3 4. *Rev Soc Quím Perú*, 76(762).
- Ministerio del Ambiente. (2014). Anexo 1 Del Libro Vi Del Texto Unificado De Legislacion Secundaria Del Ministerio Del Ambiente: Norma De Calidad Ambiental Y De Descarga De Efluentes Al Recurso Agua. *Norma De Calidad Ambiental Y De Descarga De Efluentes : Recurso Agua*.
- Mohanraj, J., Durgalakshmi, D., Balakumar, S., Aruna, P., Ganesan, S., Rajendran, S., & Naushad, M. (2020). Low cost and quick time absorption of organic dye pollutants under ambient condition using partially exfoliated graphite. *Journal of Water Process Engineering*, 34. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2019.101078>
- Radu, E., Ion, I., & Ion, A. C. (2014). Chitosan/oxidized exfoliated graphite nanoplatelets adsorptive materials for improved lead adsorption from aqueous solutions. *UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science*, 76(4).
- Raffo Lecca, E., & Ruiz Lizama, E. C. (2014). Caracterización de las aguas residuales y la demanda bioquímica de oxígeno. *Industrial Data*, 17(1). <https://doi.org/10.15381/idata.v17i1.12035>
- Ramírez-Miranda, M., Cruz y Victoria, M., Vizcarra-Mendoza, M., & Anaya-Sosa, I. (2014). DETERMINACIÓN DE LAS ISOTERMAS DE SORCIÓN Y LAS PROPIEDADES TERMODINÁMICAS DE HARINA DE MAÍZ NIXTAMALIZADA. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 13(1).
- Rivas, F.C.; Núñez, O.; Longoria, F.; Gonzalez, L. (2014). Universidad de Oriente. *Oriente*, 26(2).
- Santhosh, C., Kollu, P., Felix, S., Velmurugan, V., Jeong, S. K., & Grace, A. N. (2015). CoFe₂O₄ and NiFe₂O₄@graphene adsorbents for heavy metal ions-kinetic and thermodynamic analysis. *RSC Advances*, 5(37). <https://doi.org/10.1039/c5ra02905h>

- Soheilmoghaddam, M., Pasbakhsh, P., Wahit, M. U., Bidsorkhi, H. C., Pour, R. H., Whye, W. T., & de Silva, R. T. (2014). Regenerated cellulose nanocomposites reinforced with exfoliated graphite nanosheets using BMIMCL ionic liquid. *Polymer*, 55(14). <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2014.05.021>
- Solfiti, E., & Berto, F. (2020). Mechanical properties of flexible graphite: Review. *Procedia Structural Integrity*, 25. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2020.04.047>
- Sun-Kou, M. del R., Obregón-Valencia, D., Pinedo-Flores, Á., Ana Lucía Paredes-Doig, & Aylas-Orejón, J. (2014). ADSORCIÓN DE METALES PESADOS EMPLEANDO CARBONES ACTIVADOS PREPARADOS A PARTIR DE SEMILLAS DE AGUAJE. *Revista de La Sociedad Química Del Perú*, 80(4). <https://doi.org/10.37761/rsqp.v80i4.159>
- Thuong, N. T., Thu, N. T. N., Giang, B. L., Trinh, N. D., & Quynh, B. T. P. (2019). Adsorptive removal of Pb (II) using exfoliated graphite adsorbent: Influence of experimental conditions and magnetic CoFe₂O₄ decoration. *IJUM Engineering Journal*, 20(1). <https://doi.org/10.31436/iiumej.v20i1.965>
- Tichapondwa, S. M., Tshemese, S., & Mhike, W. (2018). Adsorption of phenol and chromium (VI) pollutants in wastewater using exfoliated graphite. *Chemical Engineering Transactions*, 70. <https://doi.org/10.3303/CET1870142>
- Tshemese, S. J., Mhike, W., & Tichapondwa, S. M. (2021). Adsorption of phenol and chromium (VI) from aqueous solution using exfoliated graphite: Equilibrium, kinetics and thermodynamic studies. *Arabian Journal of Chemistry*, 14(6). <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2021.103160>
- Vähäoja, P., Kuokkanen, T., Välimäki, I., Vuoti, S., & Perämäki, P. (2005). Biodegradabilities of some chain oils in groundwater as determined by the respirometric BOD OxiTop method. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 381(2). <https://doi.org/10.1007/s00216-004-2887-4>
- Valles, L. A. (2016). Folleto Informativo pH ¿Qué es el pH? *Folleto Informativo*.
- Zhang, H., Sun, H., & Liu, Y. (2020). Water reclamation and reuse. In *Water Environment Research* (Vol. 92, Issue 10). <https://doi.org/10.1002/wer.1425>
- Espíndola, E. (2011). *Evaluación de efluentes industriales descargados por la industria embotelladora de bebidas gaseosas The Tesalia Springs Company*. [Tesis de Grado, Universidad Técnica de Ambato], Ambato, Ecuador.
- Figueroa, D., Moreno, A. & Hormaza, A. (2014). Equilibrio, termodinámica y modelos cinéticos en la adsorción de Rojo 40 sobre tuza de maíz. *Revista Ingenierías Universidad de Medellín*. 14(26). <https://doi.org/10.22395/riium.v14n26a7>
- Ibáñez, W., Arcos, J., & Narvaez, J. (2021). Técnicas espectroscópicas utilizadas para determinar la calidad del agua. *Polo del Conocimiento*, 44-58.
- Jácome, J. (2014). *Validación de métodos analíticos para la determinación de la demanda química de oxígeno (rango bajo, rango medio, rango alto), sólidos totales disueltos y sólidos totales suspendidos en matrices de agua clara y*

- residual en el Centro de Investigaciones y Control Ambiental "CICAM".* [Tesis de Grado, Universidad Técnica de Ambato], Ambato, Ecuador.
- Mascioli, S., Martínez, D. & Bocanegra, E. (2022). Determinación del coeficiente de partición de Zn en sedimentos loessicos y su utilización en la simulación de transporte reactivo. Mar de Plata, Argentina.
- Molina, M. (2016). *Elaboración de un filtro artesanal de agua utilizando materiales no convencionales, evaluando su eficiencia para la disminución de los niveles de contaminación de aguas residuales generada por una lavadora de autos.* [Tesis de Grado, Universidad Técnica de Ambato], Ambato, Ecuador.
- Pérez, P. (2021). *Análisis del proceso de remoción de sulfuro por distintos métodos en aguas residuales de la planta de tratamiento Mollepamba de la EP-EMAPA-A.* [Tesis de Maestría, Universidad Técnica de Ambato], Ambato, Ecuador.
- Rosas, O. & Silva, E. (2016). Electrodo transparente conductor basado en óxido de grafeno reducido para depósito electroquímico de óxidos semiconductores de interés fotovoltaico. [Tesis de Maestría, Instituto Politécnico Nacional], Altamira, Tamaulipas.

ANEXOS

Anexo 1. Exfoliación electroquímica de grafito



Anexo 2. Filtración al vacío del exfoliado



Anexo 3. Grafito exfoliado



Anexo 4. Determinación de sólidos volátiles



Anexo 5. Determinación de sólidos totales suspendidos



Anexo 6. Medición de DBO



Anexo 7. Digestión de las muestras de agua residual



Anexo 8. Determinación de isotermas



Anexo 9. Equipo de Absorción Atómica



Anexo 10. Estándares para la curva de calibración

