



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

CENTRO DE DESARROLLO DE PRODUCTOS BIÓTICOS

**BIOSORCIÓN DE Fe(III) A PARTIR DE HARINA
DE NOPAL *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIAS EN

DESARROLLO DE PRODUCTOS BIÓTICOS

PRESENTA

LUIS FELIPE BUSTAMANTE GONZÁLEZ

Directores de tesis:

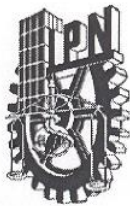
Dr. Antonio Ruperto Jiménez Aparicio

Dr. Francisco Rodríguez González



CEPROBI - IPN

YAUTEPEC, MORELOS, MÉXICO 22 DE ENERO DE 2021



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

SIP-14
REP 2017

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de Yautepec siendo las 12:00 horas del día 21 del mes de abril del 2021 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Posgrado de: CEPROBI-IPN para examinar la tesis titulada: Biosorción de Fe(III) a partir de harina de nopal *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. del (la) alumno (a):

Apellido Paterno:	Bustamante	Apellido Materno:	González	Nombre (s):	Luis Felipe
-------------------	------------	-------------------	----------	-------------	-------------

Número de registro: B 1 8 0 1 7 2
Aspirante del Programa Académico de Posgrado: Maestría en Ciencias en Desarrollo de Productos Bióticos

Una vez que se realizó un análisis de similitud de texto, utilizando el software antiplagio, se encontró que el trabajo de tesis tiene **15%** de similitud. **Se adjunta reporte de software utilizado.**

Después que esta Comisión revisó exhaustivamente el contenido, estructura, intención y ubicación de los textos de la tesis identificados como coincidentes con otros documentos, concluyó que en el presente trabajo SI NO **SE CONSTITUYE UN POSIBLE PLAGIO.**

JUSTIFICACIÓN DE LA CONCLUSIÓN: Se presentó un 15% de similitud en el trabajo de tesis, del cual se dio en frases cortas (menos de 15 palabras) en las secciones de introducción, revisión bibliográfica, y materiales y métodos; es importante mencionar que en estas secciones de la tesis se les dio los créditos a los autores de las referencias consultadas.

****Es responsabilidad del alumno como autor de la tesis la verificación antiplagio, y del Director o Directores de tesis el análisis del % de similitud para establecer el riesgo o la existencia de un posible plagio.**

Finalmente y posterior a la lectura, revisión individual, así como el análisis e intercambio de opiniones, los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR** **SUSPENDER** **NO APROBAR** la tesis por **UNANIMIDAD** o **MAYORÍA** en virtud de los motivos siguientes:

Se incluyeron las sugerencias y comentarios en cada una de las secciones de la tesis vertidos por los miembros de la comisión revisora.

COMISIÓN REVISORA DE TESIS

Dr. Antonio Ruperto Jiménez Aparicio
Director de Tesis

Dra. Alma Leticia Martínez Ayala

Dr. Jonathan Muthuswamy Ponniah

Dr. Francisco Rodríguez González
2° Director de Tesis

Dra. Martha Lucia Arena Ocampo

Dra. Gabriela Trejo Tapia
PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES
CENTRO DE DESARROLLO DE PRODUCTOS BIÓTICOS
YAUTEPEC, MOR.
Página 1 de 1

DECLARACIÓN DE RESPONSABILIDAD

Con base en el artículo 57 fracción I del Reglamento de Estudios de Posgrado vigente y en la Sección IV del Código de Ética del IPN, hacemos constar que el trabajo de tesis “Biosorción de Fe(III) a partir de harina de nopal *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.” es responsabilidad del C. Antonio Ruperto Jiménez Aparicio, C. Francisco Rodríguez González y C. Luis Felipe Bustamante González y que ni los datos experimentales ni el texto han sido usados para obtener otro grado académico en el país o en el extranjero. Cualquier colaboración o cita textual fue declarada y reconocida en el documento.

Yautepec, Morelos; a 15 de Junio de 2021

ATENTAMENTE



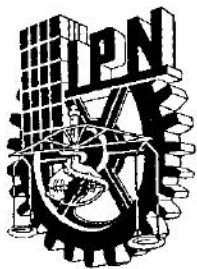
**Dr. Antonio Ruperto Jiménez
Aparicio
Director de tesis**



**Dr. Francisco Rodríguez González
Director de tesis**



**Luis Felipe Bustamante González
Alumno**



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de **Yautepec, Morelos** el día **20** del mes de **enero** del año **2021**, el que suscribe **Luis Felipe Bustamante González** alumno del Programa de **Maestría en Ciencias en Desarrollo de Productos Bióticos** con número de registro **B180172**, adscrito al **Centro de Desarrollo de Productos Bióticos**, manifiesta que es autor intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del **Dr. Antonio Ruperto Jiménez Aparicio** y del **Dr. Francisco Rodríguez González** y cede los derechos del trabajo intitulado **“Biosorción de Fe(III) a partir de harina de nopal *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.”**, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección **Carretera Yautepec-Jojutla, Km. 6, calle CEPROBI No. 8, Col. San Isidro, Yautepec, Morelos, México. C.P. 62731, Apartado Postal 24. Teléfonos: (735) 394 20 20, 3941896, (55) 57 29 69 00 Ext. 82500 / 82505. Fax 82512, 82521**. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.



**Dr. Antonio Ruperto Jiménez
Aparicio**
Director de tesis



Luis Felipe Bustamante González
Alumno



Dr. Francisco Rodríguez González
Director de tesis

Instituto Politécnico Nacional

P r e s e n t e

Bajo protesta de decir verdad el que suscribe **Luis Felipe Bustamante González** con identificación oficial **INE (0490127142934)**, manifiesto ser autor y titular de los derechos morales y patrimoniales de la obra titulada **Biosorción de Fe(III) a partir de harina de nopal *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.** en adelante **“Tesis”** y de la cual se adjunta copia, por lo que por medio del presente y con fundamento en el artículo 27 fracción II, inciso b) de la Ley Federal del Derecho de Autor, otorgo a el **Instituto Politécnico Nacional**, en adelante **El IPN**, autorización no exclusiva para comunicar y exhibir públicamente total o parcialmente en medios digitales.

“Tesis” por un periodo indefinido contado a partir de la fecha de la presente autorización, dicho periodo se renovará automáticamente en caso de no dar aviso expreso a **“El IPN”** de su terminación.

En virtud de lo anterior, **“El IPN”** deberá reconocer en todo momento mi calidad de autor de **“Tesis”**.

Adicionalmente, y en mi calidad de autor y titular de los derechos morales y patrimoniales de **“Tesis”**, manifiesto que la misma es original y que la presente autorización no contraviene ninguna otorgada por el suscrito respecto de **“Tesis”**, por lo que deslindo de toda responsabilidad a **El IPN** en caso de que el contenido de **“Tesis”** o la autorización concedida afecte o viole derechos autorales, industriales, secretos industriales, convenios o contratos de confidencialidad o en general cualquier derecho de propiedad intelectual de terceros y asumo las consecuencias legales y económicas de cualquier demanda o reclamación que puedan derivarse del caso.

Yautepec, Morelos, a 15 de junio del 2021

Atentamente



Luis Felipe Bustamante González

PROYECTO SIP

El presente trabajo se realizó en la central de instrumentación del laboratorio de Propiedades Físicas y en el laboratorio de Proteínas del departamento de Biotecnología del Centro de Desarrollo de Productos Bióticos del Instituto Politécnico Nacional (IPN), bajo la dirección del Dr. Antonio Ruperto Jiménez Aparicio y del Dr. Francisco Rodríguez González. Para la realización de los estudios de este trabajo, se contó con el apoyo económico de CONACyT (Becario No. 935829) y del Programa Institucional de formación de investigadores de la secretaria de investigación y posgrado (SIP) del IPN. La investigación fue realizada con el financiamiento de los proyectos vinculados de la SIP (00000).

AGRADECIMIENTOS.

Agradezco profundamente a mis directores de tesis, el Dr. Antonio Ruperto Jiménez Aparicio y el Dr. Francisco Rodríguez González, por su interés y responsabilidad en la formación de sus alumnos y futuros investigadores; por su dedicación constante, su guía, dirección y por su brillante capacidad como profesores e investigadores. Gracias por permitirme trabajar en sus líneas de investigación del trabajo aquí reportado, por sus consejos personales, su paciencia, su calidad humana, sus esfuerzos y su apreciada amistad.

A los miembros de mi comité, la Dra. Alma Leticia Martínez Ayala, Dra. Martha Lucia Arenas Ocampo y al Dr. Jonathan M. por el compromiso, recomendaciones, guía y dirección del trabajo aquí reportado.

A la IBT. Esmeralda Yamileth Arizmendi Giles, por su incomparable apoyo, recomendaciones y aportaciones al trabajo de laboratorio y apreciada compañía.

Al Dr. José Luis Alvares, por sus importantes recomendaciones y consejos al trabajo realizado, así como de su apreciada amistad.

A la Dra. Silvia Viridiana Vargas Solano, por sus importantes aportaciones, guías y sugerencias al trabajo realizado y apreciada amistad.

Al Instituto Politécnico Nacional (IPN) y al Centro de Desarrollo de Producto Bióticos (CEPROBI). Yautepec, Morelos, así como de sus laboratorios; Laboratorio de Propiedades físicas, proteínas y planta piloto del CEPROBI;

Al laboratorio de Planta Piloto del IMTA Jiutepec, Morelos y en especial al ing. Gloria analista del área de

Al Laboratorio de del Instituto de Ciencias Biológicas del IPN. San Pedro, unidad Zacatenco, Ciudad de México. Al laboratorio de microscopia del CEPROBI del departamento de Planta Piloto del IMTA.

Al CONACYT, por los apoyos y beneficios brindados a mi persona y por el trabajo diario que desempeña loablemente en brindar oportunidades de alcance del pueblo mexicano y extranjero en el desarrollo de la ciencia y tecnología.

Al BEIFI por los apoyos y beneficios brindados a mi persona y por el trabajo diario que desempeña loablemente en brindar apoyo en pro de la formación de investigadores.

DEDICATORIA.

A Dios:

Dedico y agradezco este trabajo al creador y dador de todos los dones, Yahveh, porque gracias a su benevolente generosidad yo soy, y todos somos. Señor, príncipe de paz, que tus benditos designios aborden siempre a los hombres de ciencia en todos sus trabajos y que tu Espíritu Santo fortalezca de virtudes, pan y perlas solo a tus hijos. (Lucas 3, 9; Juan 1, 12). Tuyo es el conocimiento (Isaías 46, 12) y ante ti no soy nada, ante ti yo me humillo y toda la creación. (Jeremías 51, 17).

A la Virgen de Guadalupe:

María, Santa mujer madre del Redentor, bendita tu eres entre las mujeres y bendito el fruto de tu vientre. Dedico y agradezco este trabajo a usted también Señora mía, porque en todo momento me ha brindado el calor de su flama de amor en todas las veces que me veía rendido y que su poderosa intercesión ante la verdad, el camino y la vida, siempre se me escuchaba. Ruega por nosotros.

A mi familia:

Doy gracias a mis padres, mi hermosa madre Rosana González Pineda quien me enseña siempre a amar y no entender a la vida y a mi gran padre Felipe Bustamante Antúnez por ser un gran ejemplo de vida y mostrarme siempre el camino; gracias por darme la oportunidad de saber lo que es el amor y de enseñarme lo importante y maravilloso que es dar la vida por otra persona que no es uno mismo, de otorgarme la dicha de tener una hermana, Samantha, a quien amo y admiro tanto como a ustedes, pues gracias a Dios y a ustedes tengo humildad y conciencia del valor espiritual, moral, civil y ético del que me ostento orgulloso. Este esfuerzo que hago diariamente por seguir adelante, es por ustedes y para ustedes. Los amo en Cristo Nuestro Señor.

Al amor de mi vida:

Esmeralda Yamileth Arizmendi Giles, *mi flaquita hermosa*. Sé que el amor que me brindas es verdadero, puro, justo e incondicional. Con tu llegada a mi vida me has regalado la dicha de conocer un sentido excepcional de la vida. Siempre me enseñas y ayudas a ser mejor persona y aprendo cada día más de ti por tus múltiples virtudes. Eres una mujer realmente excepcional, comprometida, responsable y muy inteligente. Tu apoyo ante todo está siempre presente. Ante esto, hoy estoy completamente convencido de querer pasar todos los años de mi vida a tu lado. No puedo terminar sin agradecer y dedicar este trabajo a ti también, por tu existencia, paciencia y gran apoyo.

... “Quien conoce la fuerza de tu cólera y quien ha sondeado el fondo de tu furor? Enséñanos lo que valen nuestros días, para que adquiramos un corazón sensato”...

(Salmo 90).

ÍNDICE

Acta de revisión de tesis SIP 14 BIS	I
Declaración de responsabilidad	II
Carta de cesión de derechos.....	III
Autorización de obra	IV
PROYECTO SIP	V
AGRADECIMIENTOS.....	VI
DEDICATORIA.....	VII
ÍNDICE.....	VIII
ÍNDICE DE FIGURAS.....	XI
ÍNDICE DE TABLAS.....	XIII
NOMENCLATURA.....	XV
RESUMEN.....	XVII
ABSTRACT	XVIII
1 INTRODUCCIÓN.....	1
2 ANTECEDENTES	3
2.1 El nopal	3
2.1.1 El nopal en la industria	3
2.1.2 El mucilago de nopal	4
2.1.3 Composición química y nutricional del nopal.....	5
2.2 El Hierro.....	7
2.2.1 Metabolismo del hierro.....	8
2.3 El agua, recurso imprescindible para la vida.....	9

INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

2.3.1	El hierro como elemento contaminante de aguas	10
2.3.2	Principales regulaciones	11
2.3.3	Tecnologías para la descontaminación del agua.....	12
2.4	La harina de nopal como biosorbente	12
2.5	Factores importantes en procesos de coagulación-floculación	13
2.5.1	Efecto del pH y concentración inicial de iones metálicos	13
2.5.2	Efecto de la concentración de harina de nopal	14
2.5.3	Efecto del tamaño de partícula	15
2.6	Técnicas usadas para determinación de parámetros cinticos y de sorción de H.N.	16
2.6.1	Método de jarras	16
2.6.2	Potencial Z.....	17
2.7	Técnicas usadas para la caracterización de H.N.	18
2.7.1	La Microscopia.	18
2.7.2	Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)	19
2.8	Modelos matemáticos para sistemas de sorción.....	21
2.8.1	Sistemas de adsorción de solutos.....	23
2.8.2	Modelo de ecuación Langmiur	25
2.8.3	Modelo de ecuación de Freundlich.....	26
3	JUSTIFICACIÓN.....	28
3.1	HIPÓTESIS.....	29

INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

3.2	OBJETIVO GENERAL	29
3.2.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	29
4	MATERIALES Y MÉTODOS.....	30
4.1	Diagrama de flujo.....	30
4.2	Materiales	31
4.2.1	Obtención de material vegetal	31
4.2.2	Obtención de la harina de nopal	31
4.2.3	Preparación de agua sintética con nitrato férrico nanohidratado.....	33
4.2.4	Software de análisis estadístico.....	34
4.3	Métodos.....	34
4.3.1	Caracterización química proximal.....	34
4.3.1.1	Determinación de humedad	34
4.3.1.2	Determinación de cenizas.....	35
4.3.1.3	Determinación del extracto etéreo (lípidos)	36
4.3.1.4	Determinación de nitrógeno total Kjeldahl	37
4.3.2	Caracterización morfológica y de elementos.....	38
4.3.2.1	Determinación del diámetro y morfología de partículas de H. N.....	38
4.3.2.2	Caracterización de elementos químicos de la H.N.	38
4.3.3	Caracterización de grupos funcionales por análisis FTIR	39
4.3.4	Determinación de la capacidad de bioadsorción	40
4.3.5	Análisis de la electrocinética	40
4.3.5.1	Efecto de la masa de H.N. sobre el potencial Z	40
4.3.5.2	Determinación del pH.....	41
4.3.6	Efecto de la concentración inicial de Fe(III)	42

INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

4.3.7	Efecto de la concentración de la H.N.	43
4.3.8	Determinación de Fe(III) por método colorimétrico de tiocianato.....	44
4.3.9	Ajuste de datos al modelo matemático	45
4.3.9.1	Cálculo del porcentaje de Fe(III) removido.....	45
5	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	46
5.1	Rendimientos de H.N. y análisis químico proximal.....	46
5.2	Microanálisis morfológico y elemental de la H.N.	48
5.3	Análisis de tamaño de partícula de H.N.	53
5.4	Análisis FTIR de la H.N.....	55
5.5	Análisis de adsorción de Fe(III) mediante H.N.....	58
5.5.1	Efecto del pH.....	58
5.5.2	Efecto de la concentración inicial de Fe(III)	60
5.5.3	Efecto de la concentración y tamaño de partícula de la H.N.....	63
5.5.4	Modelos de sorción.....	65
5.5.4.1	Equilibrio de adsorción	65
5.5.5	Modelos cinéticos de adsorción.....	71
6	CONCLUSIONES.....	75
7	BIBLIOGRAFÍA.....	76

ÍNDICE DE FIGURAS.

Figura 1.	Edad de los cladodios en la planta de <i>Opuntia ficus-indica</i> (L.) Mill. en campos de cultivo de la región del municipio de Tlanepantla, Estado de Morelos.	4
Figura 2.	Efecto del pH y la concentración inicial de Pb(II) en la coagulación de iones de Pb(II) por harina de <i>Opuntia ficus-indica</i> . Adaptado de Nharingo y col., 2015.	14

Figura 3. Efecto de la concentración de harina de *Opuntia ficus indica* y la fuerza iónica sobre la coagulación de iones de Pb (II) procedentes de aguas residuales. Adaptado de Nharingo y col., 2015.15

Figura 4. Efecto de la contracción inicial de iones de Pb (II) y del tamaño de partícula de la harina de *Opuntia ficus indica* sobre la floculación de iones de Pb (II). Adaptado de Nharingo y col., 2015.16

Figura 5. Esquema del metodo de jarras. UNAM (2015). Coagulantes, floculantes, y agentes deshidratantes de lodos.....17

Figura 6. El potencial Z es la carga total que adquiere una partícula en un medio específico. Adaptado de Khoshnevisan y Barkhi, 2015.18

Figura 7. Espectro FTIR para 2.5 mg de material sólido de cactus. Adaptado de Bouaouine y col., 2018.21

Figura 8. Vista esquemática de los fenómenos de adsorción y desorción. Adaptado de Limousin y col, (2007).22

Figura 9. Cuatro tipos principales de isotermas. Obtenida de Limousin y col, (2007).23

Figura 10. Elaboración de H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. **a)** Nopales despeinados. **b)** y **c)** Lavado de nopales despeinados. **d)** Enjuague. **e)** Rayado y **f)** Secado al sol protegido con malla cielo (tamaño de poro cuadrado de 250x250 μm^2).32

Figura 11. Micrografías por microscopia fotónica de partículas de la H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. tamizada en malla #100. **a)** En campo claro, magnificación de 10X. **b)** En luz polarizada, magnificación de 20X. **c)** En luz polarizada, magnificación de 40X. **d)** Microscopia de Epi-fluorescencia, lámpara de mercurio, magnificación de 20X.....49

Figura 12. Micrografías de partículas de H.N *Opuntia ficus indica* (L.) Mill. tamizada en malla #100 obtenidas por microscopia electrónica de barrido. **a)** Magnificación de 100X. **b)** Magnificación de 200X. **c)** Cristales de oxalato de calcio presentes en H.N, magnificación de 500X. **d)** Cristales de oxalato de calcio presentes en H.N magnificación de 1000X.51

Figura 13. Microanálisis elemental de H.N *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. **a)** Espectro obtenido con energía dispersiva. **b)** Contenido porcentual de elementos identificados en el espectro con energía dispersiva.52

Figura 14. Histograma de distribución de tamaño de partícula, **a)** Harina de nopal con tamaño de partícula < 50 μm . **b)** Harina de nopal con tamaño de partícula < 150 μm . Micrografía de harina de nopal, **c)** Tamaño de partícula < 50 μm . **d)** Tamaño de partícula < 150 μm54

Figura 15. Espectro por FTIR de la H.N. con tamaño de partícula <150 μm antes del proceso de remoción de iones de Fe(III).56

Figura 16. Espectros por FTIR de H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. antes y después del proceso de remoción de iones de Fe(III) presente en agua sintética para un pH de 4.3 para dos C_{HN} de 25 y 100 mgL^{-1} . **a)** Tamaño de partícula de 150 μm y **b)** 50 μm57

Figura 17. Efecto del pH sobre las medidas de potencial Z de agua sintética de Fe(III) a una concentración de 100 mgL^{-1} para tres diferentes concentraciones de H.N.60

Figura 18. Cinéticas de adsorción de iones metálicos de Fe(III) mediante H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. para $C_0 = 100, 150, 150$ y 200 mgL^{-1} de Fe(III), pH = 4.3, T = 25 °C y diferentes tiempos de contacto. **a)** $D = 150 \mu\text{m}$ y **b)** $D = 50 \mu\text{m}$61

Figura 19. Efecto de la C_{HN} y D en el porcentaje de remoción y la cantidad de iones metálicos adsorbidos (para $C_0 = 150 \text{ mg/L}$ de Fe(III), un pH = 4.3, T = 25 °C y t = 60 min).63

Figura 20. Isotermas de adsorción de iones metálicos de Fe(III) mediante H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. (para $C_0 = 150 \text{ mgL}^{-1}$ de Fe(III), pH = 4.3, T = 25 °C y t = 60 min). **a)** $D = 150 \mu\text{m}$ y **b)** $D = 50 \mu\text{m}$66

Figura 21. Modelos cinéticos de adsorción de iones metálicos de Fe(III) mediante H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. para $C_0 = 100, 150, 150$ y 200 mgL^{-1} de Fe(III), pH = 4.3, T = 25 °C y diferentes tiempos de contacto. **a)** y **b)** Modelos de pseudo primer orden y pseudo segundo orden, respectivamente. Para $D < 150 \mu\text{m}$ **c)** y **d)** Modelos de pseudo primer orden y pseudo segundo orden, respectivamente. Para $D < 50 \mu\text{m}$ 72

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Análisis químico proximal de la harina de nopal 100 g en pesos seco.6

Tabla 2. Porcentaje de Fe elemental en 100 g de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$33

Tabla 3. Descripción del código de experimentos.40

Tabla 4. Valores de la pendiente B y ordenada al origen A.	45
Tabla 5. Rendimiento de la Harina de Nopal.	46
Tabla 6. Resultados del análisis de la composición química de la Harina de Nopal.....	48
Tabla 7. Parámetros de ajuste de modelos de isoterma de adsorción de Fe(III) a partir de H.N.	67
Tabla 8. Parámetros de ajuste de modelos de cinéticas de adsorción de Fe(III) a partir de H.N.	73

NOMENCLATURA

C_{eq}	Concentración del soluto (Fe III) en el equilibrio
C_f	Concentración final de hierro III
C_{HN}	Concentración de aplicación de H.N.
CSM	Material sólido de cactus
C_0	Concentración inicial de hierro III
DQO	Demanda química de oxígeno
EDX	Análisis de rayos X electrodispersos
Eh	Electroconductividad
ESEM	Microscopio electrónico de barrido ambiental
F	Factor de conversión para cereales
Fe	Hierro
FTIR	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier
g	Gramo
h	Horas
H.N.	Harina de nopal
IPR's	Proteínas de regulación de hierro
IRE's	Elementos reguladores de hierro
Kg	Kilogramo
K_L	Afinidad del adsorbente por el soluto
L	Litros
M	Masa conocida del adsorbente
M	Molaridad
m	Peso promedio de la muestra
M_f	Masa final de la muestra
M_{fcr}	Masa final del crisol con residuo
M_{fv}	Masa final del vaso Labconco
mgg^{-1}	Miligramos por miligramo
mgL^{-1}	Miligramos por Litro
M_i	Masa inicial de la muestra

INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

M_{icr}	Masa inicial del crisol
M_{iv}	Peso constante de cada vaso Labconco
min	Minutos
mL	Mililitros
M_{ms}	Masa de la muestra en base seca
N	Normalidad
NTK	Porcentaje de nitrógeno total en la muestra
P	Porcentaje del contenido de proteína
pH	Potencial de hidrogeno
Q_A	Adsorción relativa o aparente
q_{ce}	Capacidad de remoción
q_{eq}	Contenido adsorbido de Fe III en el equilibrio
q_{max}	Capacidad máxima de adsorción en la monocapa saturada
q_r	Determinación total de adsorción
q_{rem}	Adsorción relativa o aparente
Q_T	Determinación total de adsorción
R	Peso promedio del residuo
SEM	Microscopía electrónica de barrido
SEM-EDX	Microscopio electrónico de barrido ambiental acoplado a un Detector de rayos X
SiO_2	Gel de silice
SST	Sólidos suspendidos totales
t	Tiempo de contacto en min
V	Volumen de reacción en método de Jarras
V_{HCl}	Volumen gastado de ácido clorhídrico en la titulación
%	Porcentaje
%C	Porcentaje de cenizas
%E	Porcentaje de extracto etéreo
%H	Porcentaje de humedad
%HR	Porcentaje de humedad relativa
% q_c	Porcentaje de Fe III bioadsorbido

RESUMEN

Muchos cuerpos de aguas a nivel mundial muestran un nivel crítico de toxicidad debido a la presencia de metales pesados disueltos, entre los cuales destacan el hierro (Fe), plomo (Pb) y cadmio (Cd). Los metales pesados provocan efectos negativos a la salud de los seres humanos que consumen estas aguas; debido a ello, la contaminación de cuerpos de agua por metales pesados es una de las razones principales que exige la implementación de nuevas estrategias para la remoción de estos contaminantes, mediante técnicas y materiales amigables con el medio ambiente. Por lo anterior, el objetivo de este trabajo fue estudiar la capacidad de adsorción de iones metálicos de Fe(III) presentes en aguas sintéticas mediante harina de nopal (H.N.) *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. de la variedad de Milpa alta. El proceso de adsorción de Fe(III) disuelto en agua a partir de H.N. se llevó a cabo usando el método de jarras y se evaluaron parámetros como concentración de H.N, concentración inicial de Fe(III) en el agua, tiempo de contacto y tamaño de partícula de la H.N. Ésta se analizó mediante químico proximal, espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) para identificar los principales grupos funcionales, microscopia óptica y electrónica de barrido para determinar el tamaño de partícula. Los experimentos de adsorción de Fe(III) se hicieron a un pH de 4.3, el cual se determinó mediante análisis de potencial Z. Los resultados de adsorción mostraron porcentajes de remoción superiores al 99% para todas las concentraciones iniciales de Fe(III) estudiadas con tiempos de contacto de 60 min, éste resultado fue atribuido a los grupos funcionales como hidroxilo, carbonilo, carboxilo, entre otros y a las cavidades físicas presentes en la H.N. También se observó un efecto del tamaño de partícula de la H.N. en el porcentaje de remoción para tiempos de contacto menores a 10 min. Los resultados experimentales del proceso de adsorción se ajustaron para ambos modelos matemáticos de isotermas de adsorción de Langmuir y de Freundlich, así como para modelos cinéticos de pseudo primer y segundo orden; sin embargo las constantes de afinidad fueron mayores para Freundlich y de pseudo segundo orden, por lo cual el fenómeno de bioadsorción de Fe(III) en sistemas H.N.–Fe(III) se debe al fenómeno de multicapa y mecanismos de quimisorción, sugiriendo una complejidad y gran cantidad altamente biodisponible de los sitios activos responsables del intercambio iónico.

ABSTRACT

Many water bodies worldwide show a critical level of toxicity due to the presence of dissolved heavy metals, among which iron (Fe), lead (Pb) and cadmium (Cd) stand out. Heavy metals cause negative effects on the health of humans who consume these waters; therefore, the contamination of water bodies by heavy metals is one of the main reasons that requires the implementation of new strategies for the removal of these pollutants, using environmentally friendly techniques and materials. Therefore, the objective of this work was to study the adsorption capacity of Fe(III) metal ions present in synthetic waters by means of *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. cactus flour (H.N.) of the Milpa alta variety. The adsorption process of dissolved Fe(III) in water from N.H. was carried out using the jar method and parameters such as concentration of N.H., initial concentration of Fe(III) in water, contact time and particle size of N.H. were evaluated. N.H. was analyzed by proximate chemistry, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) to identify the main functional groups, optical and scanning electron microscopy to determine the particle size. The Fe(III) adsorption experiments were performed at pH 4.3, which was determined by Z-potential analysis. The adsorption results showed removal percentages higher than 99% for all the initial concentrations of Fe(III) studied with contact times of 60 min, this result was attributed to the functional groups such as hydroxyl, carbonyl, carboxyl, among others, and to the physical cavities present in the N.H. An effect of the particle size of the N.H. on the removal percentage was also observed for contact times of less than 10 min. The experimental results of the adsorption process were adjusted for both mathematical models of Langmuir and Freundlich adsorption isotherms, as well as for pseudo first and second order kinetic models; However, the affinity constants were higher by Freundlich and also by pseudo second order, for which the phenomenon of Fe (III) bioadsorption in HN–Fe (III) systems is due to the multilayer phenomenon and chemisorption mechanisms, suggesting that the active sites responsible for ion exchange comprise complexity and high availability.

1 INTRODUCCIÓN

El nopal es una planta de gran interés comercial en México, su principal comercialización está dirigida al consumo humano y forraje de ganado bovino. También éste ha sido aplicado en la industria alimentaria y farmacéutica. Además, el nopal resulta ser un agente alternativo en la retención y separación de partículas en procesos de coagulación-floculación para el tratamiento de aguas residuales (Barka y col., 2013a; Contreras y col., 2015; Karanja y col., 2017; Deshmukh y Hedao, 2019). Varios investigadores han estudiado la harina de nopal (Nharingo y col., 2015; López y Maldonado, 2017; Rajib y col., 2018) y el mucilago del nopal (Fox, 2011; Olivero y col., 2013; Bouatay y Mhenni, 2014) como agentes en la remoción de contaminantes y partículas suspendidas en aguas sintéticas y superficiales. Muchas de éstas se han enfocado al estudio de la capacidad que poseen estos materiales en la separación o secuestro de coloides, elementos o partículas tóxicas, iones metálicos y materia orgánica.

Por otro lado, los principales factores que determinan la capacidad que tiene la harina de nopal (H.N.) en los procesos de remoción o bioadsorción de iones metálicos son: el pH, la concentración inicial del contaminante, el tamaño de partícula y la concentración de aplicación del biosorbente, tiempo de contacto y la temperatura de trabajo (Miller y col., 2008; Nharingo y col., 2015; Nandini, y Sheba, 2016; Karanja y col., 2017; Deshmukh y Hedao, 2019). La competitividad de la H.N. y sus derivados como agentes de bioadsorción en comparación con otros agentes químicos convencionales, radica fundamentalmente en su bajo costo y gran efectividad. Además de que su uso no representa riesgos a la salud ni al medio ambiente (Miller y col., 2008; Contreras y col., 2015; Nharingo y Moyo, 2016; Ben Rebah y Siddeeg, 2017; Deshmukh y Hedao, 2018).

Por otra parte, el hierro representa el cuarto elemento más abundante de la corteza terrestre y se encuentra principalmente en minerales, mantos freáticos y de manera biológica en la sangre (Hem y Cropper, 1962; Piña y col., 2003; Corrales y col., 2016). En este sentido, en la dieta alimentaria se considera como un micronutriente importante, ya que algunos compuestos de hierro tienen diferentes características químicas y propiedades que establecen la biodisponibilidad para el organismo que lo consume (Instituto Internacional de Ciencias de la Vida [ILSE], 2002).

Las aguas sintéticas se consideran a las soluciones preparadas de concentración definida de cualquier compuesto o elemento de interés, simulando condiciones hipotéticas de presunta contaminación con fines de análisis experimental en sistemas *batch* para la remoción de compuestos.

Por lo descrito anteriormente, en este trabajo se investigó la capacidad de biosorción de Fe(III) mediante harina de nopal *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. de la variedad de “Milpa alta”. Para ello la H.N. se pulverizó y tamizó para obtener dos tamaños de partícula, a saber: partículas entre 150 - 50 μm y menores a 50 μm . Después se caracterizaron algunas de las propiedades fisicoquímicas de la H.N. por medio de análisis químico proximal, espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) y microscopia electrónica de barrido con un detector de energías dispersivas (SEM-EDX). Se evaluaron diferentes condiciones fisicoquímicas para observar el efecto sobre la capacidad de remoción de la H.N. a través de estudios cinéticos y de biosorción de Fe(III), éstos se realizaron *in situ* usando el método de jarras, para ello se utilizaron soluciones de sales férricas de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Posterior a la biosorción, se cuantificó el porcentaje de remoción ($\%R_e$) y la capacidad de bioadsorción (C_q) de los iones metálicos de hierro mediante la H.N.

De los resultados obtenidos de los estudios electrocinéticos se determinó un pH experimental de 4.3 para obtener un proceso de coagulación-floculación en el sistema H.N.–Fe(III). Además, se observó que, para una temperatura de 25 °C de experimentación, 120 rpm de velocidad de agitación y 60 min de tiempo de contacto, se obtuvieron valores de R_e superiores al 99%, para una concentración inicial de Fe(III) elemental de 150 mgL^{-1} y una concentración de H.N. de 100 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$. También se obtuvieron diferencias significativas entre el efecto del tamaño de partícula de la H.N. aplicada; el tamaño de partícula $< 50 \mu\text{m}$ incremento hasta en 1% a una concentración mínima de 25 mgL^{-1} de aplicación. Los parámetros cinéticos y de capacidad de bioadsorción fueron determinados usando modelos de pseudo primer orden y pseudo segundo orden, así como de Langmuir y Freundlich, respectivamente, para la remoción de Fe(III) a partir de H. N.

2 ANTECEDENTES

2.1 El nopal

El nopal corresponde al género *Opuntia* de la familia de las cactáceas (grupo vegetal taxonómicamente complejo), con alrededor de 190 especies nativas reportadas en América, de las cuales 83 de éstas son endémicas de México, en donde se encuentra una gran cantidad de cultivares y múltiples nombres comunes otorgados a la planta del nopal (Bravo 1978; Guzmán y col., 2003). En la actualidad, el nopal es una planta muy diversificada en varias partes del mundo en donde se ha podido aclimatar y naturalizar (Kiesling, 1998). Existen algunas características principales para el diagnóstico de la especie *Opuntia ficus-indica*, como la ausencia parcial de espinas, entre otras características físicas de los cladodios, frutos y semillas. La hibridación, entre otros factores ambientales que han ocurrido a través de la historia de la especie *Opuntia ficus-indica*, han dificultado establecer las relaciones sistemáticas de dicha especie por los cuales se generaron nuevos fenotipos (Reyes y col., 2005; Majure y col., 2012).

2.1.1 El nopal en la industria

De acuerdo con la FAO (2006), el nopal es utilizado como un recurso natural de gran importancia para la agroeconómica de los países que lo producen. La producción agrícola principal consiste en la obtención de cladodios (hojas/nopales), tunas (frutos) y flores exóticas (productos ornamentales); así como en la elaboración de subproductos obtenidos a partir de su actividad industrializada, por ejemplo, la fibra de nopal, la pulpa, las harinas, los deshidratados, las bebidas alcohólicas y no alcohólicas, las fibras dietéticas alimentarias, entre otros. Actualmente en el mundo se reportan hasta más de 300 productos derivados del nopal, como nopales en escabeche, frituras de nopal, mermeladas, tortillas con nopal, grageas, cápsulas, pulpas y concentrados para jugos, productos de tocador como champús y cremas, colorantes, fertilizantes, biopelículas y para la medicina tradicional (FAO, 2006).

En México, la especie *Opuntia ficus-indica* representa un producto hortofrutícola de gran interés y valor comercial. En el año 2017 se produjo en el país alrededor de 1,742,013.39 kg de nopal, nombrado comúnmente como nopal verdura o nopalito (**Figura 1**), siendo el estado

de Morelos el de mayor producción de entre todos los estados de la república, con una producción reportada de 567,215.03 kg, aproximadamente (SIAP-SAGARPA, 2018; FAO, 2018. p.99). En la región productora del estado de Morelos, el nopal *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. de la variedad “Milpa alta” es el más utilizado para su cultivo y comercialización (FAO, 2018; Palomares y col., 2016).

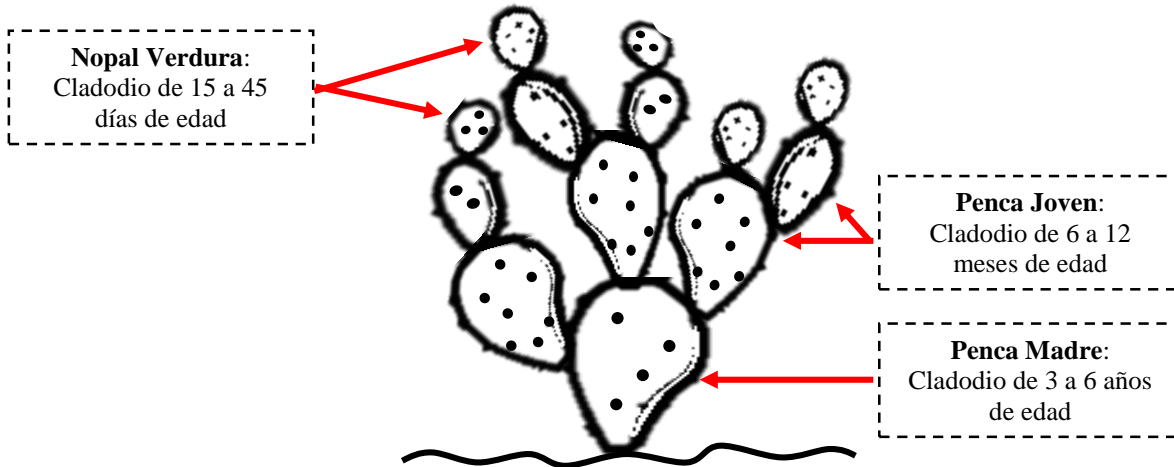


Figura 1. Edad de los cladodios en la planta de *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. en campos de cultivo de la región del municipio de Tlanepantla, Estado de Morelos.

Los compuestos fitoquímicos del nopal como los polifenoles (flavonoides, alcaloides entre otros), antioxidantes (indicaxantina, neobetanina, entre otros) y beta-polisacáridos son de gran interés para el área de la salud, además su aplicación se investiga en líneas de prevención de enfermedades y medicina complementaria para el tratamiento de enfermedades crónicas como la diabetes, hipertensión, hipercolesterolemia, dolor reumático, enfermedades de la mucosa gástrica y asma. También, estos extractos presentan actividad antimicrobiana y antioxidante (Santos 2010; Hernández y col. 2011; Mostafa y col., 2014; Osuna y col., 2014; Ventura y col., 2017).

2.1.2 El mucilago de nopal

El mucílago del nopal es un polisacárido complejo que representa con el 14 % de peso del cladodio en base seco, éste se constituye principalmente de L-arabinosa, D-xilosa, L-

ramnosa, ácido galacturónico y D-galactosa; es producido por células especializadas y es capaz de retener grandes capacidades de agua; de acuerdo con Ventura y col., (2017) el 50% del mucilago es pectina. El principal valor económico del mucílago en las industrias de alimentos y farmacéuticas se comprende gracias a su carácter viscoso, el cual permite cohesionar con los materiales mezclados, las cuales son necesarias para ciertos procesos de fabricación de alimentos y medicamentos (como emulsificantes, agentes gelificantes, antiespumantes, aglomerantes, entre otros). En este sentido, el contenido total de pectinas presentes en el mucilago y fracciones gelificantes sensibles al calcio de cladodios de nopal fresco conforman el 13.84% (peso seco), este valor se encuentra dentro de los intervalos del contenido de pectinas presentes en las cascarras de cítricos (20% a 30% peso seco), las cuales son de gran interés para la industria farmacéutica por considerarlas una buena fuente de pectinas (Goycoolea y Cárdenas, 2003).

2.1.3 Composición química y nutrimental del nopal

La calidad del nopal fresco como alimento está definida por normas que evalúan atributos físicos y microbiológicos, entre otros (NMX-FF-068-SCFI-2006; CODEX STAN 185-1993). Algunos autores han dicho que parámetros fisicoquímicos como el contenido de humedad, acides, minerales, entre otros, podrían incluirse en los parámetros de las normas de calidad y de aplicabilidad (Maki y col., 2015). Los cladodios y tunas (frutos de algunas especies de nopal) corresponden a la parte comestible de la planta y son de interés agroalimentario. Por su parte, las harinas y los jugos de nopal son las formas de mayor comercialización industrializada en los mercados, estos productos contienen características en proporción de nutrientes presentes en la planta de nopal.

La composición química en base seca (para harinas de nopal y tuna) comprende ciertas especificaciones del producto, como el contenido de proteína cruda, la fibra, los minerales y las cenizas; éstos son atributos analizados que dependen directamente de factores principales como la madures de la planta, el estadio de la planta al momento del análisis y/o cosecha, de la especie y la variedad, así como de la región de producción (Ramírez y col., 2007; Hernández y col., 2011; Chinedu y col., 2017; FAO, 2018). Es importante mencionar que, si bien no existen proyectos de normas específicas para la regulación de la calidad de la

H.N., son los organismos regulatorios federales nacionales (COFEPRIS en el caso de México) y Extranjeras (Como la FDA y EU) los que aplican normas generales o muy específicas para éstos tipos de alimentos.

En varias investigaciones, se ha reportado información relacionada con la composición química de nopal (**Tabla 1**). Nharingo y Moyo, (2016) revisaron datos reportados sobre la composición química de los polvos de nopal provenientes de diferentes locaciones geográficas y encontraron que las diferencias se mostraron en el contenido de humedad, de carbohidratos y de fibra. No obstante, otros autores sugieren que el nopal del género *Opuntia ficus* es una fuente potencial de aportación de minerales, principalmente de Calcio (Ca) y Potasio (K), los cuales están en función del estado de maduración (Rodríguez y col., 2007; Contreras y col., 2011; Mostafa y col., 2014; Méndez y col., 2015; Pérez y col., 2015). Por su parte, López y col., (2011) reportaron los efectos del proceso térmico de secado sobre las propiedades fisicoquímicas de la H.N., demostrando que estos tipos de procesos pueden afectar la capacidad de absorción de agua, pero permiten obtener suplementos dietéticos de considerable calidad para la H.N.

Tabla 1. Análisis químico proximal de la harina de nopal 100 g en pesos seco.

DETERMINACIÓN	Temperatura de secado		
	60 °C	70 °C	80 °C
Contenido de humedad	1.63±0.11	1.93 ± 0.07	2.00 ± 0.09
Proteína cruda	7.52±0.05	7.42 ± 0.09	7.24 ± 0.13
Lípidos totales	2.30±0.35	2.30 ± 0.037	2.38 ± 0.27
Fibra cruda	6.15±0.43	6.04 ± 0.23	6.00 ± 0.42
Cenizas	20.46±0.30	20.12 ± 0.47	20.78 ± 0.12
Carbohidratos totales	68.09	68.23	67.6

Adaptado de López y col., (2011).

De acuerdo con Mostafá y col. (2014), en los últimos 15 años se han reportado varios resultados sobre los compuestos químicos o componentes bioactivos extraídos del nopal; el contenido de algunos minerales en mg/100 g peso fresco de los cladodios son: calcio 5.94 -

17.95, oxalato de calcio 11.5 - 14.3, potasio 2.35 - 55.20, hierro 0.09, magnesio 8.80 y sodio 0.3 - 0.4. Por su parte Guzmán y Chaves, (2007) reportaron que cladodios con edades de maduración hasta de 30 días han mostrado una composición química mayor en cuanto a vitamina C, carbohidratos y proteínas, mientras que plantas con hasta 365 días de crecimiento acumulan minerales como el calcio y aumentan su contenido de fibra.

La determinación y caracterización de la composición química de los cladodios y de sus frutos está enfocada hacia la industria alimentaria, para la obtención de productos de alta calidad (FAO, 2006). Hasta el momento ha sido un trabajo mutuo entre la investigación científica y las industrias públicas y privadas, quienes han desarrollado los perfiles de compuestos biológicos presentes en el nopal con la finalidad de desarrollar nuevos productos. Algunos de estos elementos biológicos pueden actuar en los procesos de coagulación-floculación con base a su naturaleza química. Conocer el tipo y la estructura molecular de las proporciones químicas presentes en el nopal, coadyuvan a comprender los procesos fisicoquímicos que se llevan a cabo durante los procesos de absorción de iones metálicos (Deshmukh y Hedao, 2018).

2.2 El Hierro

El hierro, con símbolo químico “Fe”, es considerado como el cuarto elemento más abundante sobre la corteza terrestre con presencia del 4.7% (Mata, 2013). En las aguas naturales, las especies iónicas de mayor presencia son el Fe^{+++} , FeOH^{++} , $\text{Fe}(\text{OH})^{++}$, Fe^{++} , FeOH^{+} y su estabilidad depende del pH, concentración y presencia de otros elementos. La solubilidad del Fe en cuerpos de agua naturales se encuentra en un rango de pH entre 4 - 9 y valores de Eh de entre -10 a +50. El hierro se encuentra en varias formas en la naturaleza, como en las rocas sedimentarias, la forma más común es en óxidos férricos y se origina en dos estados de oxidación: la forma divalente o *ferrosa* y la forma trivalente o *férrica*; uno de los comportamientos químicos del hierro es que, si se encuentra en solución, tiende a formar complejos iónicos con materiales orgánicos e inorgánicos. El hierro ferroso es el más frecuente en aguas naturales (Hem y Cropper, 1962).

2.2.1 Metabolismo del hierro

En los últimos 20 años, el hierro ha sido ampliamente estudiado sobre los mecanismos de su metabolismo en humanos, así como su función, interacción y regulación corporal (Corrales y col., 2016). Su estudio está mayormente enfocado hacia el área médica, sobre todo en su aplicación terapéutica relacionada con cuadros de desnutrición y baja absorción de hierro por el organismo (Andrews, 2000; ILSE, 2002; Forrellat, 2007; Urdampilleta y col., 2010; Forrellat, 2016; Toxqui y col., 2010). El hierro es considerado un micronutriente esencial para los organismos biológicos, sus principales exigencias se dan en las funciones eritropoyéticas, metabolismo oxidativo y respuesta inmune celular; además, es un cofactor importante para la síntesis de múltiples proteínas y enzimas.

El cuerpo humano adulto absorbe diariamente de entre 1 - 2 mg de hierro por medio de la dieta alimenticia (Hem y Cropper, 1962; Andrews, 2000). En este sentido, Muños y col., (2010) mencionan que sólo el 10% del hierro se encuentra en el organismo en la forma “hemo”, mientras que la forma “no hemo” está en el 90%. El hierro *hemo* o *ferroso* es aquel que se encuentra biodisponible para el organismo, esta biodisponibilidad se comprende como aquella cantidad de hierro que es absorbida por medio de la ingesta de los alimentos y es utilizado en funciones y procesos metabólicos normales. Los factores alimentarios (los fitatos, polifenoles, calcio y algunas proteínas vegetales y de origen animal como huevo y lácteos) y la condición fisiológica del hombre afecta la biodisponibilidad del hierro; la carne de ganado es la principal fuente de hierro hemo, mientras que los vegetales aportan hierro no hemo (ILSE, 2002; Urdampilleta y col., 2010).

De acuerdo con Forrellat (2016), existen dos sistemas para el metabolismo del hierro, el primero es regulado por la hormona hepcidina y la proteína exportadora Fpn, mientras que el segundo es a través de las IRP que se unen a los IRE de los ARNm regulados, los cuales funcionan coordinadamente para evitar deficiencias y excesos del elemento hierro en el sistema. El hierro es transportado para su uso y almacenamiento a través de la proteína transportadora transferrina, el almacenamiento de hierro (Ferretina) e importación de hierro (TfR1; TfR2; HFE). Las proteínas de regulación de hierro (IRP's por sus siglas en inglés, Iron Regulatory Proteins) están regularizadas por la cantidad de hierro intracelular; estas proteínas citoplasmáticas (IRP: IRP1 e IRP2) tienen interacción directa con algunas regiones

del ARNm, denominados IRES's (Iron Regulaory Elements, por sus siglas en inglés), modulando de esta manera la producción de proteínas blanco (Corrales y col., 2016).

2.3 El agua, recurso imprescindible para la vida

El agua es uno de los elementos más importantes para la vida, su uso y aplicación en la vida diaria es elemental para solventar las necesidades básicas del ser humano, así como de cualquier organismo viviente del planeta tierra. También participa de manera imperante en la agroindustria, entre otras formas de implementación en diversos países; sin embargo, actualmente para millones de personas en el mundo, el agua se reconoce como un recurso casi inalcanzable y en muchas ocasiones dañino, debido a las múltiples enfermedades que ésta transmite en los estados insalubres que se encuentra (ONU-Agua, 2005; Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, 2013; Comisión Nacional del Agua, 2018). Los seres vivos del planeta tierra cuentan con dos tipos de agua clasificada hasta el momento como: agua salada (1,400 millones de kilómetros cúbicos) y agua dulce, la cual representa sólo el 2.5% del agua salada (SEMARNAT, 2013). Son diversos los entornos sociopolíticos a nivel mundial que, con apoyo de la comunidad científica internacional, están alcanzando progresos para lograr el uso adecuado y eficaz de los recursos hídricos; esto con la finalidad brindar soluciones para las oportunidades del fácil y libre acceso de agua dulce y potable para todos (Programa Mundial de Evaluación de los Recursos Hídricos de las Naciones Unidas [WWAP], 2017).

En el año 2012, la ONU (Organización de las Naciones Unidas) y el Comité de Derechos Económicos, Sociales y Culturales, a través del PIDESC (Pacto Internacional de Derechos Económicos, Sociales y Culturales) o el ICESCR (International Covenant on Economic, Social and Cultural Rights, por sus siglas en inglés) realizaron el 29º período de sesiones, dónde se publicó la: Observación general N° 15: El derecho al agua, en la que establece de forma concreta el siguiente concepto del derecho humano sobre el agua: “*El agua es un recurso natural limitado y un bien público fundamental para la vida y la salud. El derecho humano al agua es indispensable para vivir dignamente*”; en ese mismo año, México ratificó el compromiso y agregó el derecho humano al agua potable, el cual ya se encuentra establecido legalmente en el artículo 4º de la constitución mexicana: “*Toda persona tiene*

derecho al acceso, disposición y saneamiento de agua para consumo personal y doméstico en forma suficiente, salubre, aceptable y asequible. El Estado garantizará este derecho y la ley definirá las bases, apoyos y modalidades para el acceso y uso equitativo y sustentable de los recursos hídricos, estableciendo la participación de la Federación, las entidades federativas y los municipios, así como la participación de la ciudadanía para la consecución de dichos fines.” (Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos, 1917).

El incremento de la población y el cambio climático son factores que otorgan desafíos sobre la gestión e implementación de nuevas estrategias sobre los recursos hídricos; la erosión y mala calidad del suelo, la pérdida o degradación de humedales, así como el incremento en la contaminación del agua, son referencias suficientes que sustentan el objetivo 6 de la “Agenda 2030 para el Desarrollo Sostenible”, presentada en Nueva York por la Cumbre de las Naciones Unidas sobre el Desarrollo Sostenible, el 25 de septiembre de 2015 (WWAP, 2018).

2.3.1 El hierro como elemento contaminante de aguas

El agua subterránea contiene naturalmente altas cantidades de Fe y Mg, los cuales son removidos por medio de procesos no convencionales de adsorción en sistemas de filtrado con zeolita natural, la cual posee un porcentaje promedio de absorción de hierro del 97.5%. Esta tecnología, para la absorción de hierro y manganeso disueltos, fue desarrollada por el Instituto Mexicano de Tecnología del Agua (IMTA); dicho sistema se basa en filtrar el agua subterránea con zeolita natural tipo *clinoptilolita* recubierta con óxidos de manganeso. En México, la NOM-127-SSA1-1994, para considerar el agua para uso y consumo humano, establece un límite máximo de 0.3 mg/L de hierro (Piña y col., 2003). Por su parte, Cuchimaque y col., (2013) afirman que la capacidad de absorción de los sistemas de filtrado de adsorción, antes mencionados, se ven afectados por el paso del tiempo y su uso, puesto que disminuye la capacidad de absorción aun realizando los lavados pertinentes al momento de la saturación. También, el proceso de adsorción de hierro se ve mejorado por el uso de zeolita acondicionada con capas de Fe_2O_3 a partir de las sales $FeCl_3$, además usando condiciones de pH mayores a 8, se promueve una mayor eficiencia en casos de alta concentración de Fe.

El tratamiento de aguas con materiales orgánicos para la remoción de contaminantes ha sido implementado en la industria, incluso en la remoción de Fe (Sağ, y Kutsal, 1996; Piña y col., 2003; Selatnia y col., 2004; Razmovski, y Šćiban, 2008; Barloková y Ilavský, 2010; Gad, Attia, y Ahmed, 2010; Madani, Chergui, y Selatnia, 2015; Martínez y col., 2017; Othman y col., 2017; Hassouna y col., 2018; Doggaza y col., 2018; Wan y col., 2019; Hernández y col., 2020). Lo anterior con el objetivo es disminuir las cargas de contaminantes para su potabilización, además de buscar obtener un pH final de las aguas tratadas cercano al pH neutral del agua potable ($\text{pH} = 7$).

2.3.2 Principales regulaciones

En el mundo, la calidad del agua es deteriorada por la presencia de varios productos tanto físicos como químicos y se espera que este deterioro incremente en las próximas décadas. Sin embargo, son los países con ingresos bajos y medios en los que se prevé un incremento de este tipo de contaminantes, debido principalmente al crecimiento demográfico, decremento económico y a la falta de sistemas de gestión de aguas residuales (Metcalf y Eddy, 1995; WWAP, 2018).

De acuerdo con el Sistema Nacional de Información del Agua (SINA), organismo que pertenece a la CONAGUA, existen varias normatividades aplicables para la regulación del agua en México, y las principales normas que rigen la regulación de contaminantes son (CONAGUA, 2018):

- Para la SEMARNAT:
 - NOM-001-Semarnat-1996-Límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales;
 - NOM-002-Semarnat-1996-Límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal;
 - NOM-003-Semarnat-1997-Límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público, y
 - NOM-004-Semarnat-2002-Protección ambiental. Lodos y biosólidos. Especificaciones y límites máximos permisibles de contaminantes para su aprovechamiento y disposición final.

- Para la CONAGUA:
 - NOM-011-Conagua-2015- Conservación del recurso agua. Especificaciones y método para determinar la disponibilidad media anual de las aguas nacionales.
- Para la Secretaria de Salud:
 - NOM-127-SSA1-1994- Salud ambiental. Agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización.

2.3.3 Tecnologías para la descontaminación del agua

La implementación de tecnologías para la descontaminación de agua está enfocada en hacer eficiente su uso y aplicación en todos sus niveles, así mismo el tema de las tecnologías del agua está dirigido al tema de seguridad alimentaria (Asociación mundial para el agua [GWP], 2013).

2.4 La harina de nopal como biosorbente

La búsqueda de agentes biológicos para la remoción o secuestro de partículas coloidales suspendidas, se ha generado por la necesidad de encontrar agentes de absorción aptos para el tratamiento en purificación y clarificación de aguas residuales (Nandini y Sheba, 2016; Karanja y col., 2017; Okolo y col., 2018). Las principales características para estos bio-coagulantes deben ser la biodegradabilidad, la facilidad de uso, alta eficacia, bajo costo de producción y de operación y nula toxicidad. En este sentido, los métodos químicos convencionales han demostrado ser altamente tóxicos y costosos (Villabona y col., 2013; Sellami y col., 2014; Nharingo y Moyo, 2016; Karanja y col., 2017; Barbera y Gurnari, 2018; Okolo y col., 2018; Rajib y col., 2018; Deshmukh y Hedao, 2019).

Los procesos de coagulación-floculación son los más utilizados en la investigación del tratamiento de aguas residuales, éstos son implementados de manera general mediante el método de jarras (Ben Rebah y Siddeeg, 2017). La agregación y la sedimentación de partículas suspendidas en solución mediante materiales orgánicos e inorgánicos, son denominados como agentes coagulantes y floculantes (Nharingo y col., 2015). Varios estudios han demostrado que muchos de los agentes sintéticos de coagulación-floculación

son altamente riesgosos para la salud humana (Ben Rebah y Siddeeg, 2017; Barbera y Gurnari, 2018). Actualmente se han realizado diversos estudios sobre la absorción de componentes tóxicos, minerales y partículas coloidales mediante materiales orgánicos, de los cuales los más estudiados son la *moringa oleifera*, *Eichhornia crassipes*, corteza de acacia, semilla de Surjana, semilla de maíz, tanino, *Cicer arietinum* y derivados de *Opuntia ficus* (Deshmukh y Hedao, 2018).

La aplicación de materiales biológicos como agentes de absorción y en particular la H.N. usados en los procesos de coagulación-floculación, muestran una dependencia en algunos factores experimentales, los cuales tienen efecto sobre la optimización y el porcentaje de absorción y/o remoción de contaminantes presentes en muestras de agua, a saber, la concentración inicial del contaminante, el pH, la concentración del agente biológico aplicado, el tamaño de partícula del agente biológico, la temperatura de trabajo y el tiempo de contacto (Miller y col., 2008; Contreras y col., 2015; Nharingo y col., 2015; Karanja y col., 2017; Barbera y Gurnari, 2018; Deshmukh y Hedao, 2018; Deshmukh y Hedao, 2019). Un ejemplo de ellos es el mucilago de nopal, el cual ha sido ampliamente estudiado sobre sus propiedades de absorción de contaminantes y en el tratamiento de aguas residuales, particularmente en temas de clarificación de agua, turbidez y color (Miller y col., 2008; Olivares y col., 2012; Nharingo y col., 2015; Rajib y col., 2018).

2.5 Factores importantes en procesos de coagulación-floculación

2.5.1 Efecto del pH y concentración inicial de iones metálicos

Nharingo y col., (2015) reportaron el potencial que posee la H.N. *Opuntia ficus-indica* como un coagulante natural para la absorción de plomo (II) a partir de aguas sintéticas. Para demostrar esta teoría, basados en los antecedentes preliminares sobre la capacidad de absorción de la H.N. y mucilago, fundamentaron el proceso de investigación fijando una concentración de H.N. inicial en mgL^{-1} y la concentración inicial de los iones de plomo en mgL^{-1} , así como los parámetros de temperatura y tiempo de contacto. Estos valores fueron establecidos como variables independientes para el primer caso de análisis, en donde se planteó determinar el efecto del pH sobre el porcentaje de absorción de plomo durante los procesos de floculación (ver rectángulo rojo de la **Figura 2**). De los resultados se observó un

comportamiento favorable de máxima absorción de plomo para un pH de 5, mientras que la comparación entre todas las concentraciones iniciales de plomo analizadas, mostró un mayor porcentaje de absorción para la concentración de 6 mg·L⁻¹.

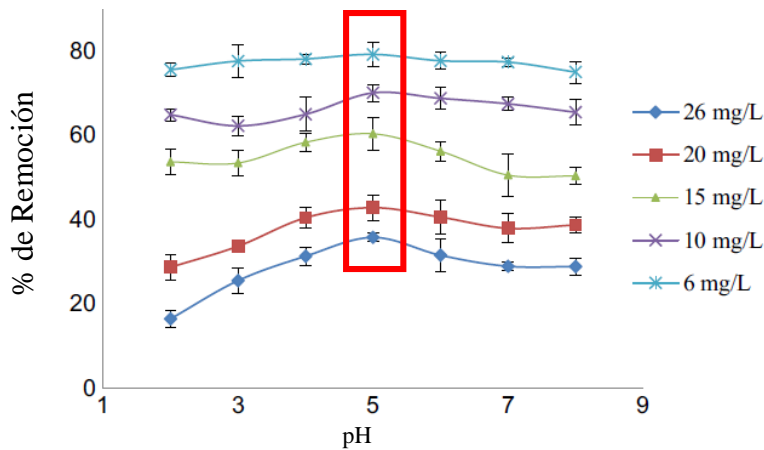


Figura 2. Efecto del pH y la concentración inicial de Pb(II) en la coagulación de iones de Pb(II) por harina de *Opuntia ficus-indica*. Adaptado de Nharingo y col., 2015.

2.5.2 Efecto de la concentración de harina de nopal

Nharingo y col., (2015) establecieron la concentración de la H.N. necesaria para obtener niveles máximos de absorción de plomo. Para ello, realizaron experimentos bajo las condiciones de las variables de pH 5, tamaños de partícula <75µm, concentración inicial de Pb de 6 mg·L⁻¹, temperatura de 30 °C y un tiempo de contacto de 24 h. De acuerdo con lo anterior, los efectos de las concentraciones de la H.N. aplicada, en un intervalo de 1 a 20 mgL⁻¹, el valor óptimo de absorción de plomo fue de 8 mg·L⁻¹ (**Figura 3**).

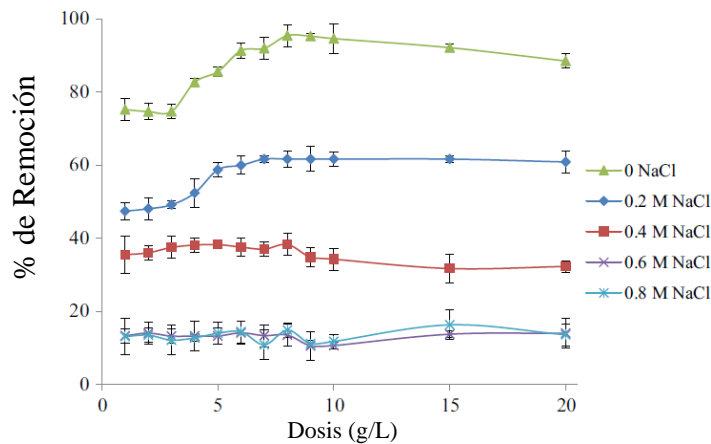


Figura 3. Efecto de la concentración de harina de *Opuntia ficus indica* y la fuerza iónica sobre la coagulación de iones de Pb (II) procedentes de aguas residuales. Adaptado de Nharingo y col., 2015.

2.5.3 Efecto del tamaño de partícula

En el caso del mayor porcentaje de absorción de Plomo (II) determinado por Nharingo y col., 2015 para un pH 5, se exploró un rango de tamaños de partícula entre [$<75 \mu\text{m}$], [$75 \leftrightarrow 180 \mu\text{m}$], [$180 \leftrightarrow 250 \mu\text{m}$] y [$250 \leftrightarrow 350 \mu\text{m}$], los cuales mostraron para todos los casos un nivel mayor de absorción de plomo para la concentración inicial mínima de 6 mgL^{-1} , aunque para tamaños de partícula menores a $75 \mu\text{m}$ obtuvieron altos porcentajes de absorción de plomo (**Figura 4**). De acuerdo con la literatura, cuando se presenta el material bioabsorbente con un tamaño de partícula más pequeña respecto de los demás tratamientos, se está trabajando con un incremento del área de contacto, por lo que los iones metálicos tienen mayor oportunidad de interactuar con las áreas de los sitios activos de la H.N.

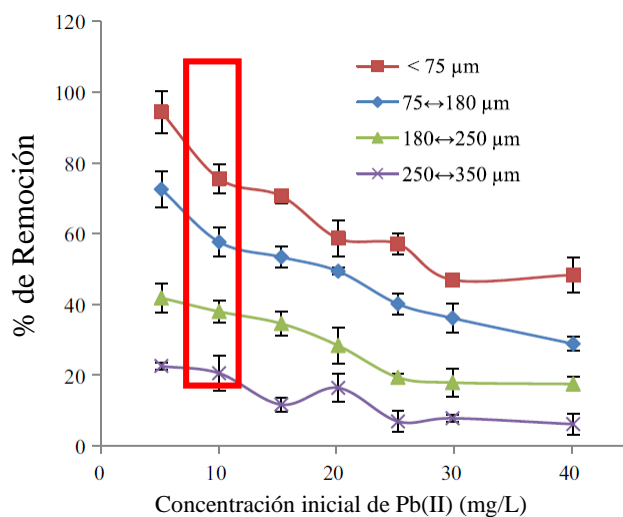


Figura 4. Efecto de la concentración inicial de iones de Pb (II) y del tamaño de partícula de la harina de *Opuntia ficus indica* sobre la floculación de iones de Pb (II). Adaptado de Nharingo y col., 2015.

2.6 Técnicas usadas para determinación de parámetros críticos y de sorción de H.N.

2.6.1 Método de jarras

El método de jarras se conoce también como prueba de jarras o test de jarras (**Figura 5**); este es un proceso unitario implementado comúnmente en procesos de coagulación-floculación a escala laboratorio (Lorenzo, 2006). El método consiste en determinar factores y parámetros óptimos de proceso para clarificación del agua y/o remoción de contaminantes, esto se da en forma de separación de fases sólido-líquido a partir de ensayos en los cuales se evalúan generalmente la conductividad, turbiedad, pH, demanda química de oxígeno (DQO), sólidos suspendidos totales (SST) y concentración residual del contaminante (Ben Rebah y Siddeeg, 2017; Karanja y col., 2017).

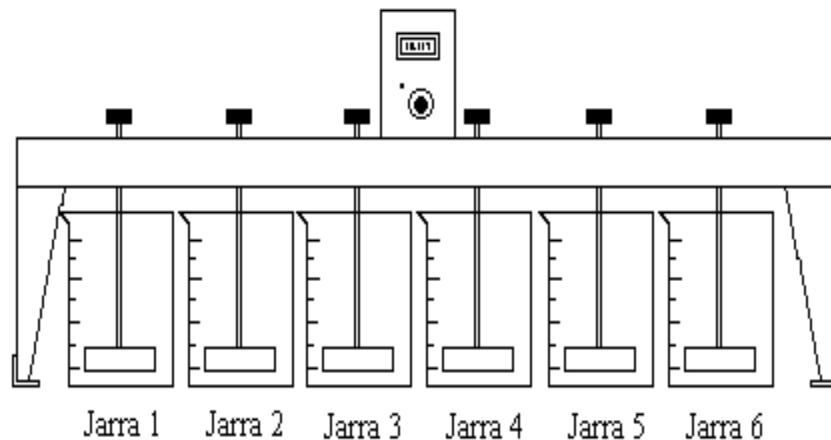


Figura 5. Esquema del metodo de jarras. UNAM (2015). Coagulantes, floculantes, y agentes deshidratantes de lodos.

2.6.2 Potencial Z

El potencial Z es una medida de la magnitud de la repulsión o atracción electrostática (o de carga) entre las partículas, éste es uno de los parámetros fundamentales que se sabe afectan la estabilidad de las partículas disueltas. Su medición aporta información detallada de las causas de la dispersión, agregación o floculación, y se puede aplicar para mejorar la formulación de dispersiones, emulsiones y suspensiones, puesto que el comportamiento natural de los sistemas evaluados muestra una fuerte correlación entre el valor del potencial Z (mV) (Hunter, 1981; Van Olphen 1982; Williams, 2016). Su aplicación también es un método de caracterización de materiales biológicos para operaciones de remoción y/o separación de compuestos (Nharingo y col., 2015; Bouaouine y col., 2018). Debido a que esta técnica permite determinar y/o sugerir los mecanismos propios de operación a los que pertenece de forma natural el material biológico implementado, el proceso de remoción de coloides y/o contaminantes puede hacerse eficiente (Betancur, Jiménez, y Linares, 2012).

Las condiciones de operación tales como coagulación-floculación pueden mejorarse a un nivel óptimo a través del análisis electrocinético del sistema (interacción entre el adsorbente y el soluto a remover disueltos en agua) y la determinación del punto isoelectrico (Amaringo y Anaguano, 2013; López y col., 2014). Valores de potencial Z entre +30 y -30 mV describen la inestabilidad de las partículas dispersas, mientras que el proceso de coagulación-

floculación se encuentra entre valores de +5 y -5, con mayor eficiencia al valor más cercano a 0 (**Figura 6**). También se ha mencionado que el pH es uno de los principales factores que tiene influencia sobre el valor del potencial Z (Karmakar, 2019), mientras que la distribución del tamaño de partícula y morfología también ejercen efectos importantes en el valor de medición (Yu, 2015).

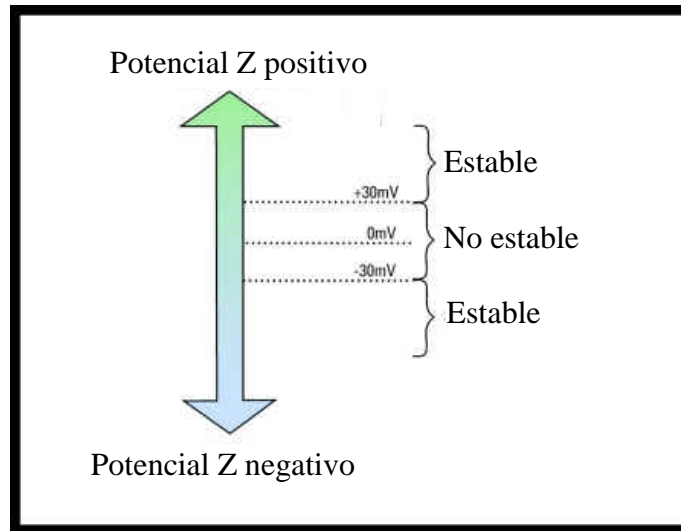


Figura 6. El potencial Z es la carga total que adquiere una partícula en un medio específico. Adaptado de Khoshnevisan y Barkhi, 2015.

2.7 Técnicas usadas para la caracterización de H.N.

2.7.1 La Microscopia.

La microscopia es una técnica empleada para el análisis sensorial de única percepción visual, se implementa para observar elementos pequeños que constituyen rasgos y formas mínimas de la materia, incapaces de observarse con el ojo humano a simple vista, que ayuda a describir visualmente por medio de la transferencia de energía entre el objeto y el lente receptor humano (ojo) o el lente receptor mecánico (cámara). El uso de diversos y diferentes equipos de microscopios está en relación a la percepción requerida de la resolución de imágenes requerida, así como del tamaño de lo que se pretende estimar, así como de la calidad de la muestra y su recuperación o destrucción durante el proceso. Es así como la microscopia se comprende de un coadyuvante de alcance visual extremo y sobrenatural de la vista humana

que procede a través de un mecanismo compuesto que permite el viaje de energía desde el objeto hasta el receptor de imagen final. (Ipohorski y Bozzano, 2013).

En los inicios de la microscopia sobre sus fundamentos e incluso antes del desarrollo y existencia de equipos o herramientas denominados microscopios, se encuentra yuxtapuesta la curiosidad humana que fluye por virtud de los osados, aunada a la admirable capacidad de interpolar la imaginación del mundo de las ideas a la realidad de la experiencia sensorial de la vida, refiriéndose a la técnica en particular. Las innumerables técnicas y metodologías de microscopia desarrolladas a través lo tiempos han permitido el avance en el conocimiento sobre la comprensión de los fenómenos inherentes a lo visible, tangible y reaccionante de la materia, en sus diversas áreas de estudio, de esta manera los estudiosos de los fenómenos biológicos focalizan sus esfuerzos en determinar funciones de los componentes orgánicos; los esfuerzos por lograr una imagen in situ de la realidad ocurrida en el momento por elementos constitutivos de la vida se profundiza cada vez más en diferentes formas de aplicar las bases de óptica y resolución de imágenes para poder capturar la esencia de las cosas. De acuerdo con Iborra, y col., (2003), existen 17 metodologías desarrolladas en microscopia, a saber : Microscopia de luz; Microscopia de inmunofluorescencia; Imágenes de células vivas; FRAP (región de la célula que contiene la proteína fluorescente), FLIP y FRE (Transferencia de energía de resonancia fluorescente); Microscopía de punto fluorescente (FSM); Espectroscopia de correlación de fluorescencia (FCS); Microscopia multifotónica; Imágenes de fluorescencia en tiempo vivo (FLIM); Mejora de la resolución de LM; Sistemas avanzados de imagen LM; Microscopía de fluorescencia de reflexión interna total; Microscopía óptica de campo cercano; Escaneo microscopio óptico de campo cercano; Microscopía óptica de campo lejano y Microscopia de electrones.

2.7.2 Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

De la radiación de la materia y sus propias interacciones se han desarrollado diversos métodos analíticos basados principalmente en la espectroscopia molecular y atómica y en la absorción o emisión de la fluorescencia de átomos o iones elementales. Debido a ello, la relación entre la materia y la radiación electromagnética permite cuantificar por medio de la espectroscopia la intensidad con la que la radiación se emite a través de un transductor

fotoeléctrico en función de su longitud de onda o frecuencia, la cual ofrece información importante sobre la composición y naturaleza química de los materiales. Aunque también se pueden usar algunas radiaciones menos frecuentes como son: la radiación ultravioleta, las ondas de microondas, las de radiofrecuencia, Rayos Gama y Rayos X (Skoog y col. 2008).

La espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas en inglés) es una técnica cualitativa no destructiva basada en la espectroscopia vibracional de los grupos funcionales de la muestra. En esta técnica una muestra se le irradia con luz infrarroja y la absorción de esta radiación estimula los movimientos vibratorios específicos de los grupos funcionales y mediante el detector de energía en modos vibracionales se establece como resultado un espectro que presenta las bandas de vibración por su frecuencia y amplitud de dichos grupos funcionales. Dicho espectro permite identificar la estructura molecular de los componentes que constituyen a la muestra (Movasaghi, Rehman, y Rehman, 2008; Petit y Puskar, 2018).

De acuerdo con varios autores, la presencia del ácido poligalacturónico en la H.N. y mucilago deshidratado, así como de diversos otros polímeros presentes, aportan mayormente la funcionabilidad a los procesos de coagulación, debido a su estructura y la presencia de grupos funcionales, especialmente: hidroxilo y aminas (estiramiento O–H y N–H), carbonilo (estiramiento C=O) y metoxi (estiramiento C–O de grupos alcohólicos) (Sellami y col., 2014; Nharingo y Moyo, 2016; Bouaouine y col., 2018). Por otra parte, en muchos de los casos estudiados sobre materiales orgánicos (extractos de semillas, plantas, hojas, frutos) se ha visto un efecto de producción mucilaginoso durante los procesos de coagulación, aunque existen proteínas catiónicas diméricas, las cuales presentan sitios activos de interacción intramolecular (Bouaouine y col., 2018).

En la **Figura 7** se muestra la identificación de grupos funcionales de la H.N., el mayor pico mostrado está entre $3200 - 3500 \text{ cm}^{-1}$ correlacionado con la presencia de ácidos carboxílicos, mientras que la banda entre $2800 - 3000 \text{ cm}^{-1}$ exhibe la presencia de CH_3 . Las vibraciones entre $1620 - 1430 \text{ cm}^{-1}$ indican la presencia de grupos carbonilos C=O. En este sentido, el análisis de espectros de FTIR se ha implementado para obtener información sobre las características químicas de los grupos funcionales presentes en la materia orgánica de la H.N. empleada para el presente estudio. Tener datos sobre los grupos funcionales presentes

en el biosorbente (H.N.) mostrará información importante sobre el cambio de vibración molecular como comportamiento del proceso de coagulación-floculación durante las pruebas de adsorción de Fe(III). Uno de los componentes presentes en el nopal, también estudiados en los procesos de remoción de elementos contaminantes, es el mucilago, el cual también ha sido caracterizado a través de espectros FTIR (Contreras y col., 2016; González, 2019).

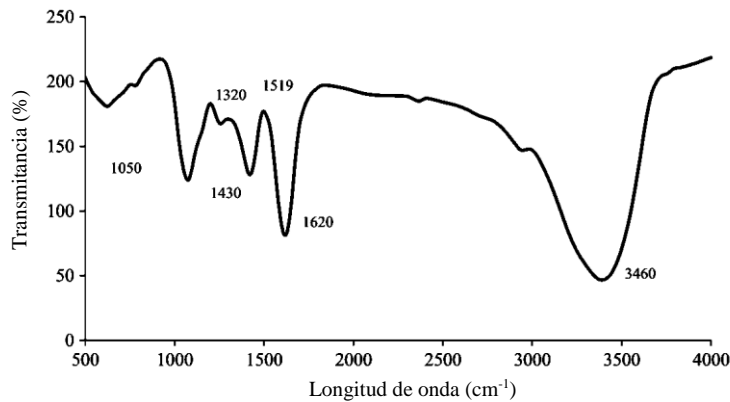


Figura 7. Espectro FTIR para 2.5 mg de material sólido de cactus. Adaptado de Bouaouine y col., 2018.

2.8 Modelos matemáticos para sistemas de sorción

Las isotermas de sorción desde el punto de vista matemático, son una herramienta que ayuda a describir el transporte de las sustancias en un sistema a través de una curva de retención de la sustancia líquida o gaseosa sobre un sólido, a varias concentraciones. Este fenómeno con regularidad puede ser controlado por medio de procesos cinéticos especificando siempre dependencia del tiempo de la isoterma de sorción. En particular, para medir la isoterma de sorción es necesario utilizar métodos que equilibren el sentido de las características de fácil uso y de las condiciones naturales estudiadas (Limousin, 2007). Los fines para el análisis y construcción de las isotermas de sorción siempre son básicos, pero muy prácticos para su implementación de apoyo en procesos de operación unitarias de secado, mezclado, entre otros. Los datos obtenidos de forma experimental muestran el contenido de retención en la monocapa o sobre la capa molecular de un material específico,

así como la fuerza o energía (entalpías) con la que cualquier sustancia se acerca al material (Oliveira y col, 2009; Andrade y col, 2011).

Se puede definir a la “Isoterma de Sorción” como el proceso por el cual se investiga la retención de un soluto o coloide sobre partículas sólidas, donde es posible comparar la concentración de soluto restante del compuesto C (molL^{-1} o kgL^{-1}) con la concentración del compuesto retenido en partículas sólidas Q (molkg^{-1} o kgkg^{-1}), en una relación $Q = f(C, T)$ donde la temperatura T ejerce una influencia sobre las reacciones de sorción, como se muestra en la **Figura 8**. La particularidad de esta reacción y el proceso debe cumplir con varias condiciones, entre ellas está la de mantener la temperatura y especificidad, de acuerdo con lo que menciona Limousin y col. (2007):

- (i) Los diferentes equilibrios de reacción de retención/liberación deben haber sido alcanzados, y
- (ii) Todos los demás parámetros fisicoquímicos son constantes.

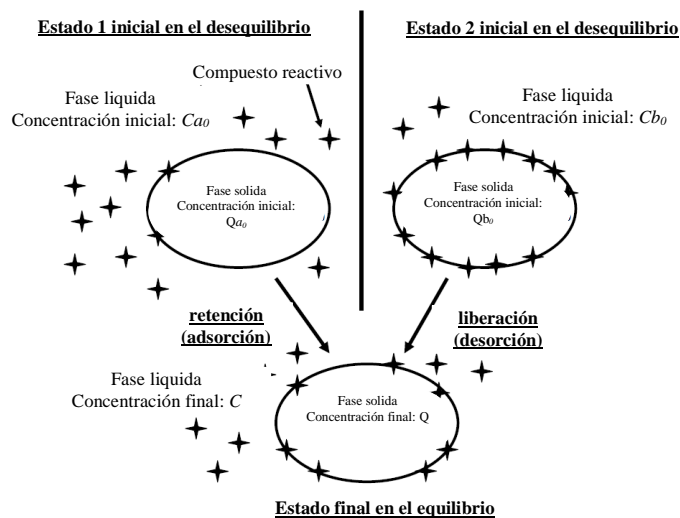


Figura 8. Vista esquemática de los fenómenos de adsorción y desorción. Adaptado de Limousin y col, (2007).

Además, existen cuatro tipos de isotermas principales y sus modelos matemáticos son los más usados actualmente: el isoterma **C**, **L**, **H** y **S**. (Giles y col, 1974). En el primer caso, la gráfica es una línea recta con origen cero (**ver Figura 9a**); lo que significa que la relación entre la concentración del compuesto restante en solución y la adsorbida en el sólido es la

misma en cualquier concentración. Para la isoterma “L”, la relación entre la concentración del compuesto restante en solución y la adsorbida en el sólido disminuye cuando la concentración del soluto aumenta, proporcionando una curva cóncava, lo que sugiere una saturación progresiva del sólido (**Figura 9b**). Con respecto a “H”, esto es sólo un caso particular de la isoterma L, donde la pendiente inicial es muy alta, el compuesto exhibe a veces una afinidad tan alta para el sólido que no se puede distinguir la pendiente inicial del infinito, aunque no tenga sentido desde un punto de vista termodinámico (**Figura 9c**). Finalmente, la isoterma “S”, aquí la curva es sigmoidea y por lo tanto ha conseguido un punto de inflexión; este tipo de isoterma es siempre el resultado de al menos dos mecanismos opuestos. Los compuestos orgánicos no polares son un caso típico y la presencia de un soluble ligante también puede proporcionar una isoterma sigmoidea para especies metálicas (**Figura 9d**).

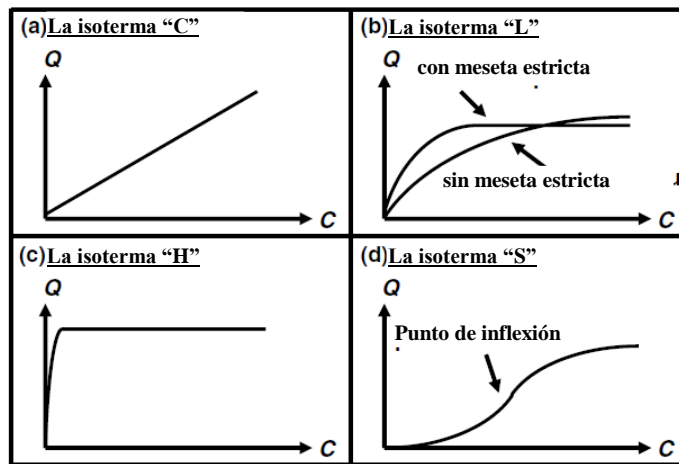


Figura 9. Cuatro tipos principales de isothermas. Obtenida de Limousin y col, (2007).

2.8.1 Sistemas de adsorción de solutos

Una de las aplicaciones para los procesos de adsorción son los procesos de remoción de partículas o coloides a través de operaciones unitarias de mezclado-sedimentación en lote, semicontinuas y continuas. Éstas se interpretan como sistemas de coagulación-floculación de soluciones binarias donde, la sustancia A: soluto (sustancias específicas en solución) y la sustancia B: disolvente (agua), son adsorbidas al mismo tiempo por el adsorbente (agentes

biológicos de remoción). La determinación total de adsorción (q_T) durante el proceso unitario de coagulación-floculación se describe tanto para el soluto de adsorción mecánicamente ocluido, como la del disolvente adsorbido. No obstante, es posible discriminar el volumen pequeño del disolvente, que debido a la adsorción se determina como adsorción relativa o aparente (q_{rem}). La adsorción total se puede ver afectada por la concentración del soluto, la temperatura, el tipo de adsorbente y disolvente, ya que el grado de adsorción incrementa con la disminución de la solubilidad en el disolvente y decrece con el aumento de la temperatura (Treybal, 1980).

La adsorción se puede medir a partir del desarrollo experimental del tratamiento de un volumen de solución conocida V (volumen de reacción) y de una masa conocida del adsorbente M (agentes biológicos de remoción):

$$\frac{V}{M} = \frac{(\text{volumen de solución})}{(\text{masa del adsorbente})} = \left[\frac{L}{Kg} \right] \quad (2.1)$$

El procedimiento para la determinación de la adsorción del soluto se obtiene mediante la siguiente ecuación (Treybal, 1980):

$$q_{rem} = q_{eq} = \frac{(C_0 - C_{eq}) * V}{M} = \left[\frac{Kg}{Kg} \right] \quad (2.2)$$

Donde C_0 de la concentración inicial del soluto (concentración de iones metálicos) y C_{eq} es la concentración final en el equilibrio después de la remoción.

Por otra parte, en la literatura se encuentran documentados diversos modelos matemáticos de naturaleza empírica, los cuales pueden aplicarse y traducirse a través de la interpretación de valores y constantes determinadas de forma experimental; ejemplos de ellos son casos de Freundlich y Langmuir. Estos modelos permiten explicar el comportamiento del equilibrio entre fases de difusión alcanzando valores máximos y específicos para cada especie (material adsorbente) que interviene en el experimento (Rivas y col., 2014).

2.8.2 Modelo de ecuación Langmiur

La isoterma de Langmuir es un modelo teórico fenomenológico que presenta el equilibrio químico reversible entre la superficie del adsorbato y la fase de la solución acuosa (procesos de adsorción); con el uso del modelo se pueden explicar los fenómenos de quimisorción, además éste es sencillo y fácil aplicar. El modelo de Langmuir aplica para las siguientes cinco postulaciones (Barrera y col., 2006; Barka y col., 2013a; Sandoval y col., 2015; Lavado y col., 2020):

- i.-* El análisis se aplica solo para una sola sustancia.
- ii.-* La adsorción se lleva a cabo por una monocapa.
- iii.-* La superficie del sorbente contiene un número finito de sitios idénticos que se suponen son completamente homogéneos.
- iv.-* Los sitios activos de la superficie tienen la misma probabilidad de ser utilizados para el fenómeno de la adsorción.
- v.-* La interacción entre las moléculas en la monocapa es despreciable.

A continuación, se presenta el modelo matemático en el equilibrio dinámico (Onditi y col., 2016):

$$q_{eq} = \frac{q_{max} k_L C_{eq}}{1 + k_L C_{eq}} \quad (2.3a)$$

Donde q_{eq} es el contenido de adsorbato adsorbido en el equilibrio en mgg^{-1} (miligramos de sorbato por gramo de sorbente), C_{eq} es la concentración del ion metálico (soluto) en el equilibrio en mgL^{-1} (miligramos de sorbato por litros de solvente), q_{max} es la capacidad máxima de adsorción en la monocapa saturada en mgg^{-1} (miligramos de sorbato por gramo de sorbente) y k_L es la constante que define la afinidad (relacionada con la energía de sorción) del adsorbato por el adsorbente y su unidad de medición es Lmg^{-1} .

La expresión logarítmica utilizada para la obtención de constantes en el análisis de ajuste del modelo matemático es:

$$\frac{C_{eq}}{q_{eq}} = \frac{1}{q_{max} k_L} + \frac{C_{eq}}{q_{max}} \quad (2.3b)$$

2.8.3 Modelo de ecuación de Freundlich

La expresión empírica del modelo de Freundlich describe isothermas de adsorción que se aplican para soluciones diluidas en un rango mínimo de concentraciones, este modelo no es muy exacto para concentraciones altas y es más preciso que el modelo de Langmiur a concentraciones intermedias. La ecuación del modelo de Freundlich establece una relación potencial entre el soluto que es adsorbido y la concentración al equilibrio en la fase líquida de la solución. El modelo es representado como a continuación se muestra (Treybal, 1980):

$$q_{eq} = K[(C_o - C_{eq}) * V]^n \quad (2.4a)$$

En donde $(C_o - C_{eq}) * V$ es la adsorción aparente por unidad de masa de adsorbente, es decir, la concentración del soluto en el equilibrio C_{eq} ; mientras que K y n son constantes. De acuerdo con el modelo de Freundlich, existen algunos casos en los que la adsorción presta una variación logarítmica debido al efecto de la tasa de recubrimiento. Por lo que en realidad podría expresarse con la siguiente ecuación (Fernández y col., 2014):

$$q_{eq} = K_F * C_{eq}^{1/n} \quad (2.4b)$$

Donde q_{eq} es el contenido de adsorbato adsorbido en el equilibrio en mgg^{-1} (miligramos de sorbato por gramo de sorbente), C_{eq} es la concentración del ion metálico (soluta) en el equilibrio en mgL^{-1} (miligramos de sorbato por litros de solvente), mientras que la constante k_F define la afinidad del adsorbato por el adsorbente en Lmg^{-1} , la cual está relacionada con la capacidad de biosorción del agente biológico de remoción y ésta incrementa a medida que aumenta el valor de k_F . La intensidad de la sorción está relacionada con el valor del inverso de n , los valores de $\frac{1}{n} \ll 1$ indican la formación de enlaces fuertes entre adsorbato y adsorbente, mientras que para valores $\frac{1}{n} \geq 1$ indican niveles mínimos de adsorción. Los valores de las constantes se obtienen al graficar en coordenadas logarítmicas C_{eq} versus q_{eq} como se muestra en la ecuación 2.4c (Treybal, 1980).

$$\ln q_{eq} = \ln K_F + \left(\frac{1}{n} * \ln C_{eq}\right) \quad (2.4c)$$

Los valores ajustados a la ecuación lineal de Freundlich suponen lo siguiente (Barrera y col., 2006; Barka y col., 2013a; Sandoval y col., 2015; Lavado y col., 2020):

- i.-* El análisis se aplica solo para una sola sustancia.
- ii.-* La adsorción se lleva a cabo de manera indistinta por un fenómeno de multicapa.
- iii.-* La superficie del sorbente contiene diferentes sitios que se suponen son heterogéneos y que no representan una barrea energética.
- iv.-* Los sitios activos de la superficie no tienen la misma probabilidad de ser utilizados para el fenómeno de la adsorción, debido a esto la distribución de energía de sorción decrece exponencialmente.
- v.-* La interacción entre las moléculas en la multicapa no existe.

3 JUSTIFICACIÓN

El incremento de la población y el cambio climático, son algunos de los principales factores de desafío para la gestión e implementación de nuevas estrategias en la descontaminación de aguas por agentes de remoción amigables con el medio ambiente. En aguas contaminadas, son los minerales y metales pesados los que representan mayores niveles críticos de toxicidad, entre los cuales destacan el hierro (Fe), plomo (Pb) y cadmio (Cd). Sin embargo, son pocos los métodos reportados para la absorción de hierro (Fe), cuarto elemento más abundante de la corteza terrestre que se encuentra principalmente en minerales, mantos freáticos y de manera biológica en la sangre. De acuerdo con la literatura, en los últimos 20 años se ha estudiado el potencial que posee el nopal del género *Opuntia* como material coagulante-floculante, los resultados de estas investigaciones han demostrado su alta eficiencia de biosorción de iones metálicos, bajos costos de operación, nulos niveles de contaminación y no presenta riesgos a la salud. Los iones metálicos de Fe(III) presentes en solución podrían ser bioadsorbidos por la H.N., éste biosorbente contiene características químicas que de manera natural actúan y se involucran en las eficiencias y capacidades de remoción, las cuales se potencializan a través de varios factores de operación fisicoquímicos a través de procesos de coagulación-floculación; los mecanismos y capacidades de biosorción de la H.N. de *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. sobre el secuestro de iones metálicos de Fe³⁺ pueden ser descritos por modelos matemáticos de sorción y cinéticos.

3.1 HIPÓTESIS

La harina de nopal de *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. tiene la capacidad de adsorber de manera natural iones de Fe(III) disueltos en agua, el ajuste y modificación de algunas de las condiciones fisicoquímicas de operación como el pH, la concentración inicial de Fe(III), la concentración y tamaño de partícula del biosorbente, mejoraran los procesos de coagulación-floculación en la remoción de hierro.

3.2 OBJETIVO GENERAL

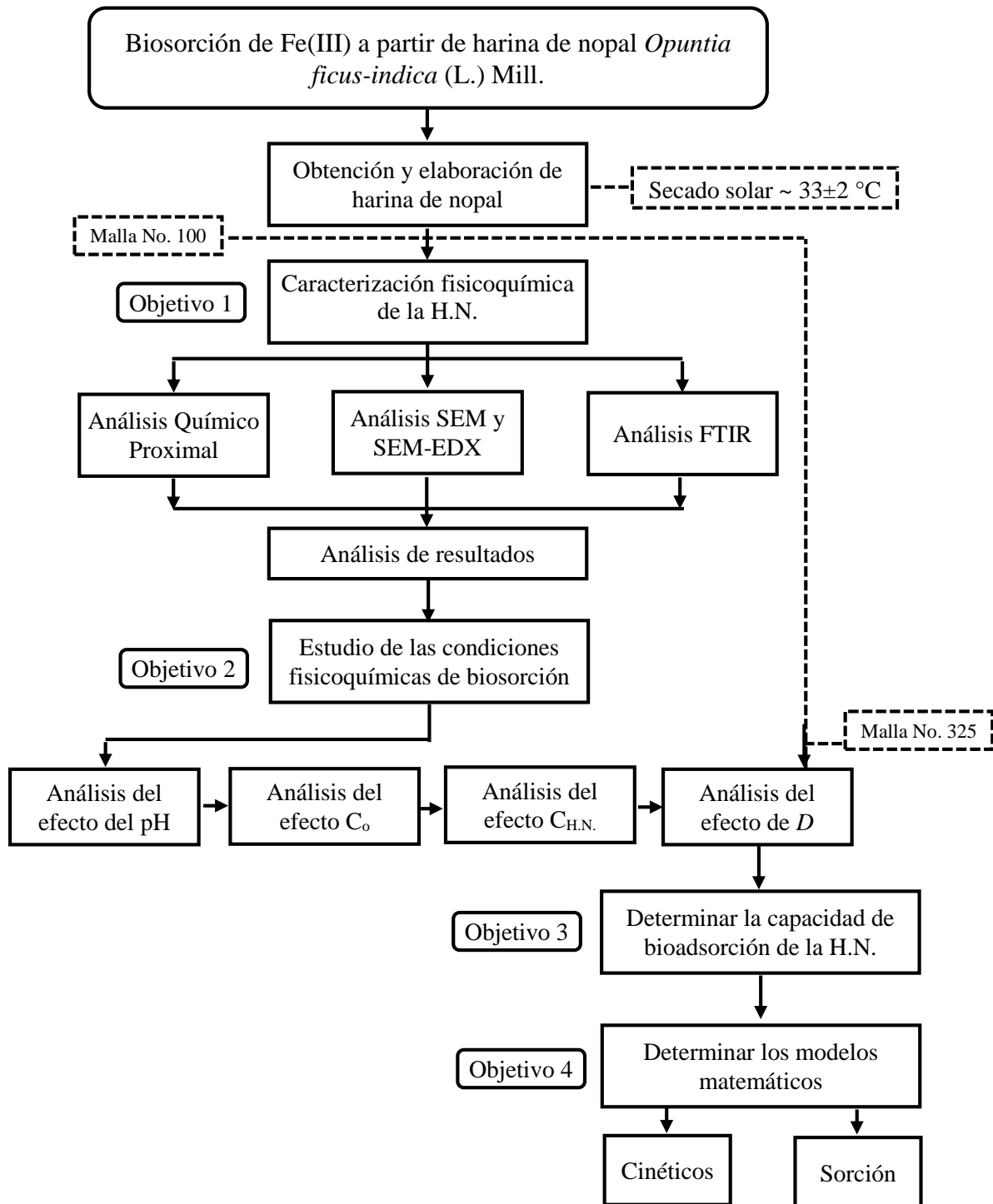
Estudiar el efecto de algunas condiciones fisicoquímicas en procesos de coagulación-floculación sobre la adsorción de iones de Fe(III) disueltos en aguas a partir de harina de nopal de *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.

3.2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar física, química y fisicoquímicamente la harina de nopal.
- Evaluar y establecer las condiciones fisicoquímicas de biosorción de Fe(III) mediante harina de nopal
- Determinar la capacidad en la adsorción de Fe(III) de la harina de nopal
- Establecer el fenómeno y mecanismo de biosorción de Fe(III) por la harina de nopal mediante modelos matemáticos de sorción y cinéticos.

4 MATERIALES Y MÉTODOS

4.1 Diagrama de flujo



4.2 Materiales

4.2.1 Obtención de material vegetal

Para la obtención de la H.N. se seleccionaron cladodios de entre 30 a 35 días de maduración utilizando plantas cultivadas *ex vitro* provenientes de parcelas orgánicas del municipio de Tlalnepantla Morelos, ubicación geográfica: 19.034929-98.989548. Los nopales fueron cosechados en el mes de marzo del 2019 y fueron seleccionados considerando las condiciones y características que marca la norma NMX-FF-068-SCFI-2006 Hortaliza fresca - Nopal verdura (*Opuntia spp.*) - Especificaciones (cancela a la NMX-FF-068-1988), para nopal de consumo humano en territorio nacional.

El mismo día de la cosecha se retiraron las espinas de los nopales de forma tradicional utilizando cuchillos y se retiraron las orillas del cladodio. Posteriormente, se trasladó el material vegetal al Laboratorio de Propiedades Físicas de Productos Biológicos del CEPROBI. Al ingreso del laboratorio, se registró un peso promedio de 0.587 g por cladodio, obteniendo un total de 12.39 kg aproximadamente de nopal fresco sin espinas. Las medidas promedio por cladodio fueron de 30 - 35 cm de longitud vertical, 12 - 15 cm de longitud horizontal y 0.8 - 1.3 cm de grosor.

4.2.2 Obtención de la harina de nopal

Los cladodios o “nopal verdura” fueron lavados con jabón líquido y agua corriente, y al final se aplicó un enjuague con 500 mL de agua destilada para eliminar cualquier material extraño o residuo de detergente (**Figura 10a-f**). Para la elaboración de la H.N. se tomaron 6.25 kg del nopal total; el proceso de troceado y rebanado de los nopales fue en secciones transversales, utilizando ralladores de acero inoxidable marca ilko[®], con aberturas de aproximadamente 0.1 cm, formando tiras de nopal. Después, el nopal rallado fue recolectado en charolas de plástico limpias y se colocó al aire libre para secarlo con energía solar en un periodo de 10 h diarias por 5 días. Las temperaturas reportadas durante esos días fueron de 33 ± 2 °C como máximas, mientras que las temperaturas mínimas fueron de 23 ± 1 °C. Para evitar contaminar el nopal rallado de partículas ajenas o tierra, las charolas fueron cubiertas con malla cielo, ésta tiene un tamaño de poro de 250×250 μm^2 . Una vez seco el nopal rallado

se raspó de las charolas con espátulas de madera y se recuperó para la molienda por medio de un molino domestico de café convencional.

Después del proceso de molido del nopal seco se recuperaron 0.293 kg de H.N.; el 50% de la H.N. obtenida se tamizó por malla #100 de acero inoxidable (tamaño de partícula de $<150 \mu\text{m}$), mientras que el material restante se tamizó en malla #325 de acero inoxidable (tamaño de partícula de $<50 \mu\text{m}$). Las dos porciones de harina se recolectaron por separado en contenedores de PET con tapa rosca, se forraron con papel aluminio para protección a la luz y se almacenaron en desecadores con sílice a temperatura $\sim 25 \text{ }^\circ\text{C}$ y $\%HR < 65\%$.

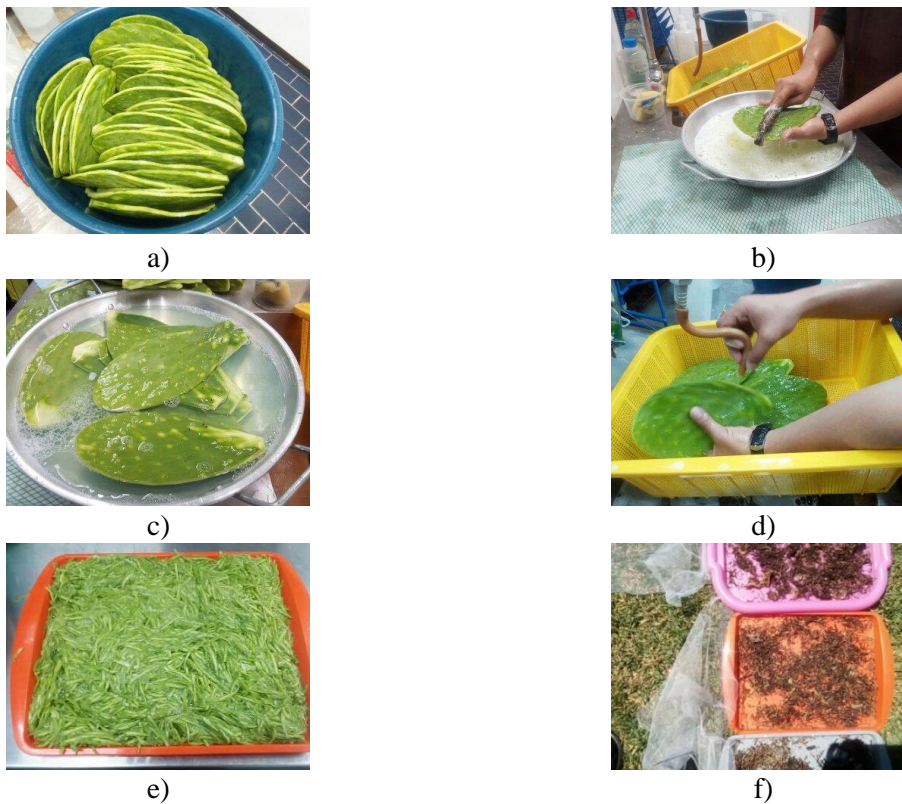


Figura 10. Elaboración de H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. **a)** Nopales despeinados. **b)** y **c)** Lavado de nopales despeinados. **d)** Enjuague. **e)** Rayado y **f)** Secado al sol protegido con malla cielo (tamaño de poro cuadrado de $250 \times 250 \mu\text{m}^2$).

El rendimiento de obtención de la harina de nopal se calculó a partir de la formula siguiente:

$$R = \frac{PHN}{NFD} \times 100 \quad (4.1)$$

Dónde R es el rendimiento, PHN es el peso en gramos de la H.N obtenido y NFD el peso de nopal fresco sin espinas en gramos.

4.2.3 Preparación de agua sintética con nitrato férrico nanohidratado

Para la preparación de agua sintética con iones metálicos de Fe(III) se utilizó la sal de nitrato férrico nanohidratado de la marca Sigma-Aldrich, Número CAS: 7782-61-8, Formula: $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$, con peso molecular: $404.00 \text{ g mol}^{-1}$, Número CE:233-899-5, Número de MDL:MFC00149708, NACRES:NA.21, ID de sustancia de PubChem: 329752193. También, se usó agua tridestilada de la marca HYCEL, Número CAS: 7732-18-5. PM: 18.02 g mol^{-1} . Cat: 6541. El agua tridestilada utilizada en este trabajo tuvo un pH de 5.3. Por otra parte, en la **Tabla 2** se muestra la base de cálculo usada para preparar el agua sintética utilizada en cada experimento, a una concentración de 100 mg L^{-1} de hierro elemental:

DATOS

Formula química: $Fe(NO_3)_3 \cdot 9 H_2O$;

Peso molecular: $404.00 \text{ g mol}^{-1}$

Tabla 2. Porcentaje de Fe elemental en 100 g de $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$.

<i>Elemento</i>	Peso Molecular (g/mol)	No. Átomos	peso real (g/mol)	%
Fe	55.845	1	55.845	13.8234
O	16.05	9	143.991	35.6424
N	14.0067	3	42.0201	10.4013
H₂O	18.02	9	162.132	40.1329

Total: 404.00 100%

Considerando los datos de la **Tabla 2**, para la preparación de 1 L de agua sintética con iones de Fe(III) a partir de la sal de nitrato férrico nanohidratado, a una concentración de

100 mgL⁻¹ de hierro elemental (0.1 gL⁻¹), se considera que: Si 100 g de la sal de nitrato férrico nanohidratado contienen 13.8234% de hierro elemental, entonces:

$$\begin{array}{r} 100 \text{ g de Fe(NO}_3)_3 \cdot 9 \text{ H}_2\text{O} \text{ -----} \quad 13.8234 \text{ g de hierro elemental} \\ \text{X g de Fe(NO}_3)_3 \cdot 9 \text{ H}_2\text{O} \quad \text{-----} \quad 0.1 \text{ g de hierro elemental} \\ \text{X} = 0.7234 \end{array}$$

Se debe pesar 0.7234 g de Fe(NO₃)₃ • 9 H₂O

Una vez preparado los diferentes lotes de aguas sintéticas con iones de Fe(III) se ajustaron a pH de 4.3 con una solución valorada de NaOH (marca HYCEL, Número Cat. 1406) al 0.1 N, para ello se usó un potenciómetro Marca Thermo modelo ORION 3 STAR, USA.

4.2.4 Software de análisis estadístico

Los análisis estadísticos y gráficos se desarrollaron en el programa estadístico OriginPro Versión 9.0 con un α de 0.05.

4.3 Métodos

4.3.1 Caracterización química proximal

La composición química de la H.N. se determinó de acuerdo a los métodos de la norma oficial AOAC (2012), con los cuales se obtuvo el porcentaje de humedad, el porcentaje de cenizas, el porcentaje de extracto etéreo (lípidos) y porcentaje de nitrógeno total. A continuación, se describen los métodos.

4.3.1.1 Determinación de humedad

Para la determinación del porcentaje de humedad de la H.N. se efectuó de acuerdo con el Método 14.004-Determinación del porcentaje de humedad, de la norma oficial AOAC (2012). Para ello se llevaron a peso constante tres charolas de aluminio, rotulándolas como R1, R2 y R3 y se colocaron en la estufa de calentamiento de la marca Labline, modelo Imperial V, USA, durante 24 h a 110±1 °C. Al término de este periodo, se traspasaron a un

deseCADador con sílice, por el lapso de 0.5 h; al finalizar se registró el peso de cada charola en una balanza analítica Marca Mettler Toledo, modelo AX204, USA. A continuación, se agregó a cada charola 1 g de muestra de H.N., el peso de la charola más el gramo de la muestra fue considerado como la masa inicial de la muestra (M_i). Después, las muestras en las charolas de aluminio rotuladas como R1, R2 y R3 fueron colocadas en la estufa de calentamiento durante 24 h a 110 ± 1 °C. Al finalizar el periodo de deshidratación, las muestras fueron llevadas a temperatura ambiente y peso constante por medio de un desecador. El peso registrado en balanza analítica fue considerado como la masa final de la muestra (M_f). La determinación del porcentaje de humedad para cada muestra se calculó por medio de la siguiente fórmula:

$$H = \left(\frac{M_i - M_f}{M_f} \right) * 100 \quad (4.2)$$

Donde H es el porcentaje de humedad.

4.3.1.2 Determinación de cenizas

La determinación del porcentaje de cenizas de la H.N. se efectuó de acuerdo con el Método 32.10-Análisis del porcentaje de cenizas, de la norma oficial AOAC (2012). Tres crisoles limpios y rotulados como R1, R2 y R3 se colocaron en la estufa de calentamiento a 110 ± 1 °C durante 24 h. Al término de este periodo, se traspasaron a un desecador por el lapso de 1 h; al finalizar se registró el peso contante de cada crisol en una balanza analítica, el peso de cada crisol fue considerado como masa inicial del crisol M_{icr} ; A continuación, se agregó para cada crisol rotulado como R1, R2 y R3, 1 gramo (en base seca) de la muestra de H.N. previamente deshidratada (110 ± 1 °C durante 24 h), el peso del crisol más el gramo de la muestra fue considerado como la masa de la muestra en base seca (M_{ms}).

Para iniciar con la incineración de las muestras primero se recurrió a la precalcinaCión con ayuda de un mechero Fisher, cada uno de los tres crisoles se dejó sobre la flama hasta la carbonización de la muestra (tono entre blanquizco y negro de la propia muestra). Una vez carbonizadas, se incineraron en una mufla marca THERMOLYNE, modelo Furnace-6000 a una temperatura de 550 ± 2 °C durante 5 h; una vez terminado el periodo de incineración, se

dejaron las muestras dentro del equipo hasta las 12 h, para dejar enfriar el equipo y las muestras. Después, los crisoles fueron colocados en desecadores durante 0.5 h, para lograr obtener un peso constante de la muestra y el crisol. El peso de cada crisol se registró como la masa final del crisol con residuo (M_{fcr}). El porcentaje de cenizas fue calculado a partir de la siguiente formula:

$$C = \left(\frac{M_{fcr} - M_{ic}}{M_{ms}} \right) * 100 \quad (4.3)$$

Donde C es el porcentaje de cenizas.

4.3.1.3 Determinación del extracto etéreo (lípidos)

Para la determinación del porcentaje del extracto etéreo o de lípidos de la H.N. se efectuó de acuerdo con el Método del Extractor de Grasa Goldfish, de la norma oficial AOAC (2012). Se rotularon tres vasos para extractor de Grasa Goldfish de la marca Labconco Modelo 3505300 y se rotularon como R1, R2 y R3; de la misma manera y al mismo tiempo se rotularon como R1, R2 y R3 tres cartuchos de celulosa limpios. El peso constante de cada vaso se registró como (M_{iv}), tanto los vasos y los cartuchos se colocaron en una estufa de calentamiento durante 24 h a 110 ± 1 °C para llevarlos a peso constante. Al término de este periodo, se pusieron en un desecador por 1 h y después en la balanza analítica se pesó 1.0 g de muestra (M_{ms}) de H.N. deshidratada (24 h a 110 ± 1 °C) y se agregó de forma cuidadosa en el fondo del cartucho.

El cartucho con el gramo de muestra se colocó en el sujetador del equipo del extractor de Grasa Goldfish con condensador acoplado a recirculador de agua a 17 ± 1 °C. A cada vaso Labconco llevado a peso constante, se le agregó 180 mL de hexano y se colocaron en el sistema de extracción. Las parrillas del equipo se calentaron a 180 °C. La extracción de lípidos para cada muestra se desarrolló en un tiempo de 2.5 h, comenzando el conteo del tiempo a partir de la primera gota condensada observada bajo el cartucho (5 min aproximadamente al inicio del calentamiento del hexano).

Una vez terminado el proceso de extracción, el hexano residual de cada vaso y cada cartucho con muestra se evaporó con ayuda de una parrilla de calentamiento con agitación

magnética, marca Thermo SCIENTIFIC modelo Cymarec SP131325, China, puesta a una temperatura de 160 °C por 1 h, dicho proceso se llevó en campana de extracción. Al finalizar el tiempo de evaporación del hexano residual, los vasos se llevaron a temperatura ambiente dentro de un desecador con sílice por 0.5 h y se registró el peso de cada vaso como masa final del vaso (M_{fv}). El porcentaje de extracto etéreo (E) se calculó mediante la siguiente formula:

$$E = \left(\frac{M_{fv} - M_{iv}}{M_{ms}} \right) * 100 \quad (4.4)$$

4.3.1.4 Determinación de nitrógeno total Kjeldahl

Para la determinación del contenido total de nitrógeno de la H.N. se efectuó de acuerdo con la técnica Kjeldahl del Método 14.026, de la norma oficial AOAC (2012). El proceso se llevó a cabo en tres etapas: digestión, destilación y valoración; las cuales se describen a continuación:

Digestión: En tres matraces de vidrio para digestión kjeldahl de 150 mL (análisis por triplicado), limpios y secos se agregaron en cada uno de ellos en el siguiente orden: 1.0 gramos de muestra de H.N. (previamente deshidratado), 1.0 g de sulfato de cobre, 10 g de sulfato de potasio y 15 ml de ácido sulfúrico concentrado como catalizadores. Con ayuda del equipo de digestión Kjeldahl se colocaron los tres matraces (R1, R2 y R3) sobre las parrillas del equipo, a una temperatura de 400 °C, hasta lograr un cambio de viraje en la muestra de un tono café oscuro opaco a un verde esmeralda. El procedimiento tuvo un tiempo promedio de duración de 3.5 h al término del proceso, los matraces se dejaron enfriar por 24 h a temperatura ambiente.

Destilación: Las muestras se traspasaron del matraz de vidrio a un tubo de muestra para Kjeldahl estándar (300mL), el cual se colocó en el destilador automático/tipo kjeldahl rapidstill II. Al momento de la destilación se adicionaron 100 mL de una solución de hidróxido de sodio (40% p/v en agua destilada). Se recuperaron 50 mL del destilado en un matraz de 250 mL, con 50 mL de una solución de ácido bórico (4% p/v en agua destilada) con 10 gotas de indicador universal Wesslow, el cual proporcionó a la solución un color azul purpura. Después de recibir el destilado en la solución (50 mL) la solución tornó a un color verde esmeralda.

Valoración: La muestra se tituló con ácido clorhídrico al 0.1 N, para cada replica se registró el gasto del volumen de HCl en mL, el cual se añadió hasta alcanzar un tono purpura.

El cálculo del porcentaje de nitrógeno total en la muestra se realizó mediante la siguiente ecuación:

$$NTK = \frac{V_{HCl} \times N \times 14}{M_{ms} \times 1000} * F * 100 \quad (4.5)$$

Donde *NTK* es el porcentaje de nitrógeno total en la muestra (%), V_{HCl} es el volumen gastado de ácido clorhídrico en la titulación (mL), *N* es la normalidad del HCl, 14 es el peso equivalente del nitrógeno, M_{ms} es la masa de la muestra en base seca (g) y *F* es un factor de conversión con un valor de 5.85 (factor utilizado para cereales y soja).

4.3.2 Caracterización morfológica y de elementos

4.3.2.1 Determinación del diámetro y morfología de partículas de H. N.

Para la caracterización de la H.N. se analizó el diámetro promedio de partículas, así como la morfología física estructural a través de la técnica de microscopia electrónica de barrido ambiental. Para ello se utilizó un microscopio electrónico de barrido ambiental (marca: Carl Zeiss Modelo: EVO LS10 Life Science, Alemania) con detector de electrones secundarios. La adquisición y el análisis de las imágenes se realizaron a cada una de las harinas tamizadas, <150 y <50 μm , para lo anterior se tomaron 10 mg de cada una de las muestras, las cuales se pusieron en portamuestras de aluminio, éstas se colocaron en la cámara del microscopio. Las tomas de microfotografías en el microscopio se hicieron bajo las siguientes condiciones: 15000 volts, magnificación de 1, 200 y 500 aumentos; este estudio se realizó por triplicado.

4.3.2.2 Caracterización de elementos químicos de la H.N.

A la H.N. se le realizó un mapeo de elementos químicos mediante un microanálisis elemental utilizando microscopia electrónica de barrido con un detector de energía dispersiva (rayos X) marca Bruker modelo: Quantax 200, Alemania. Este estudio se hizo en el laboratorio de microscopia electrónica del CEPROBI. Para este estudio se colocaron menos

de 20 µg de H.N. tamizada en las diferentes mallas (tamaño de partícula <150 µm, <50 µm). El mismo análisis se realizó para las muestras de H.N. recuperadas del proceso de bioadsorción de Fe(III) (sistemas H.N.– Fe) de las aguas sintéticas tratadas.

4.3.3 Caracterización de grupos funcionales por análisis FTIR

La caracterización de los grupos funcionales presentes en las muestras de H.N. antes y después del proceso de bioadsorción de Fe(III) se realizó utilizando la técnica de espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR por sus siglas en inglés). Para ello se utilizó un Espectrofotómetro Marca Shimadzu, modelo IR-Affinity 1, Japón. Para este estudio se colocó < 0.1 g de muestra de H.N. sobre una placa ATR a temperatura ambiente. Las condiciones de operación del equipo fueron: número de escáner de 30, en un rango de longitud de onda (frecuencia) de 4500 - 500 cm⁻¹ y una resolución de 4 cm⁻¹. El método de recuperación de muestra de H.N. después del proceso de bioadsorción de Fe(III) se describe en las siguientes secciones. Todas esas pruebas se hicieron por triplicado para cada muestra de harina de nopal.

4.3.4 Determinación de la capacidad de bioadsorción

Las pruebas de determinación del efecto del pH, concentración inicial de iones metálicos de Fe(III) (C_o), concentración de la H.N. (C_{HN}) y tamaño de partícula de la H.N. (D), se realizaron por el método de jarras a 25 °C y 120 rpm de velocidad de agitación, con 1 min de agitación previa de 300 rpm. En la **Tabla 3.** se presentan los experimentos que se realizaron para la determinación de la capacidad de adsorción de iones metálicos de Fe(III) mediante la H.N.

Tabla 3. Descripción del código de experimentos.

Experimento	Variable dependiente	Variable independiente	D (μm)	Sección	F	n
EXP A 01	pZ (mV)	Masa de H. N. (g).	150	4.3.5.1	1	7
EXP B	pZ (mV)	pH.	150	4.3.5.2	2	4 y 9
EXP C	%q _e ; C_{eq}	C_o (mg·L ⁻¹); t (min).	150	4.3.6	2	4
			50		2	4
EXP D	%q _e ; C_{eq}	C_{HN} (mg·L ⁻¹).	150	4.3.7	1	7
			50		1	7

Análisis por triplicado.

4.3.5 Análisis de la electrocinética

4.3.5.1 Efecto de la masa de H.N. sobre el potencial Z

Como análisis preliminar a la evaluación del efecto del pH en sistemas H.N.–Fe(III), se evaluó el efecto de la concentración de la H.N. sobre el valor del potencial Z en procesos de coagulación-floculación de soluciones de aguas sintéticas de iones de Fe(III) preparadas sin ajuste de pH. Para ello se preparó una solución stock de Fe(III) a 100 mgL⁻¹ de acuerdo a lo descrito en la sección 4.2.3. El pH de las muestras de agua sintética con Fe(III) después de 30 min de preparación fue de 2.64. A 100 mL de cada muestra (vasos Berzelius de 250 mL),

se les agregó H.N. con tamaño de partícula $<150 \mu\text{m}$. Las concentraciones que se estudiaron fueron de 0.01, 0.05, 0.1, 0.5, 1.0, 1.5 y 2 g de H.N.

Para estos experimentos se pesaron los gramos correspondientes de H.N. en una balanza analítica Marca Mettler Toledo, modelo AX204, USA y se agregó al agua sintética [Sistema H.N.–Fe(III)]; la suspensión se agitó en parrilla de calentamiento con agitación magnética (marca Thermo SCIENTIFIC modelo Cymarec SP131325, China) a temperatura de $25 \text{ }^\circ\text{C}$ durante un tiempo de 5 min (tiempo de contacto) y una velocidad de agitación de 120 rpm. Transcurrido dicho tiempo, se tomaron 2 mL de la suspensión con ayuda de una jeringa y se inyectaron en la celda para medir su Potencial Z en el instrumento de análisis electroquímico (marca Nanoziser, USA) el cual está ubicado en el laboratorio de análisis de la Escuela Nacional de Ciencias Biológicas del IPN.

Éste procedimiento se realizó por triplicado para cada gramaje de H.N. Los valores obtenidos del potencial Z (mV) se graficaron en el eje de las ordenadas *versus* la masa disuelta de H.N. en el eje de las abscisas.

4.3.5.2 Determinación del pH

El efecto del pH en aguas con iones de Fe(III) (aguas sintéticas) se evaluó con el valor del potencial Z (mV) obtenido; además, en este estudio se comparó el efecto de las masas de H.N. (con un tamaño de partícula $<150 \mu\text{m}$), a saber, 0.1, 0.5 y 1 g aplicadas en 100 mL de agua con iones de Fe(III); como muestra control se usó una muestra de agua sintética sin la aplicación de H.N. Para cada muestra de agua sintética se evaluaron nueve valores de pH: 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10; para obtener dichos valores, las muestras de agua sintética fueron ajustadas con una solución valorada de NaOH al 0.1 N y HCl al 0.1 N. El ajuste del pH fue medido con un potenciómetro (marca Thermo, modelo ORION 3 STAR, USA). Cada uno de estos experimentos se realizó por triplicado.

Para los siguientes experimentos se procedió de la siguiente manera: se preparó una solución stock de iones de Fe(III) a una concentración de 100 mgL^{-1} de acuerdo con la sección 4.2.3. En un vaso de precipitados se agregaron 100 mL de agua sintética (volumen de reacción) y después se agitó por 5 min a una velocidad de 120 rpm con ayuda de una parrilla de calentamiento con agitación magnética a temperatura de $25 \text{ }^\circ\text{C}$. Al término del tiempo de

agitación se tomaron 10 mL de la solución con ayuda de una probeta y se colocaron en un vaso de precipitados cilíndrico de PTFE con un pistón de desplazamiento oscilante para medir su Potencial Z en un equipo para análisis electroquinético (modelo ZETA-check de la marca Colloid Metrix, USA) ubicado en el Laboratorio de planta piloto del IMTA. El mismo procedimiento se realizó para valores de pH restantes, por triplicado. Los valores obtenidos del potencial Z en mV se graficaron en el eje de las ordenadas *versus* la masa disuelta de H.N. en el eje de las abscisas.

4.3.6 Efecto de la concentración inicial de Fe(III)

Para estudiar el efecto de la C_0 sobre el porcentaje de remoción ($\%q_c$) por el método de jarras, se evaluaron cuatro valores de C_0 : 100, 125, 150 y 200 mgL^{-1} (mg de Fe elemental), a través de un análisis cinético de bioadsorción para diferentes tiempos de contacto, a saber; 2, 4, 7, 10, 15, 20, 25, 30, 60, 90 y 120 min. Para todos los experimentos, se utilizó H.N. a una concentración (C_{HN}) de 100 mgL^{-1} a tamaños de partícula de $<150 \mu\text{m}$ y $<50 \mu\text{m}$.

Para estos experimentos se preparó agua sintética (solución stock) de Fe(III) a una C_0 de 100 mgL^{-1} , después en vasos Berzelius se vertieron 100 mL de dicha agua sintética (volumen de reacción) y a éstos se les agregaron 0.01 g de H.N. ($C_{HN} = 100 \text{mgL}^{-1}$); inmediatamente, la suspensión se puso en agitación (con ayuda de un agitador magnético a temperatura de 25 °C) por 1 min a una velocidad de 300 rpm para lograr una homogenización y rápidamente se cambió la velocidad de agitación a 120 rpm por 2, 4, 7, 10, 15, 20, 25, 30, 60, 90 y 120 min (tiempo de contacto) de acuerdo al experimento cinético de bioadsorción. Al término del tiempo de contacto se procedió a centrifugar la suspensión utilizando una centrífuga (marca: Hermle, de LaborTechnik GmbH –Z, Modelo: 323 K, Alemania) bajo las condiciones de operación de 10000 rpm, a 15 °C por 10 min, reportadas por Vargas (2019).

Posteriormente el sobrenadante fue recuperado y se usó para determinar la concentración de Fe(III) final (C_f) presente de acuerdo con el método colorimétrico de tiocianato, dicha metodología se describe con mayor detalle en la sección 4.3.6. El material sólido precipitado se recuperó en cajas Petri de vidrio y se secó en estufa de calentamiento a una temperatura de $36 \pm 2 \text{ °C}$ por 12 h continuas para su secado; una vez seco el material, se recuperó el polvo y se resguardo en tubos eppendorf almacenados en desecadores con sílice para su posterior

análisis de microscopía electrónica de barrido (MEB) y FTIR. El estudio cinético de bioadsorción se realizó por triplicado para cada uno de los once tiempos de contacto establecidos. Los valores del $\%q_c$ fueron calculados de acuerdo con la ecuación 4.6, graficándose en el eje de las ordenadas *versus* el tiempo de contacto (t) en el eje de las abscisas.

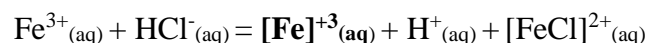
4.3.7 Efecto de la concentración de la H.N.

El estudio para evaluar el efecto de la C_{HN} (mgL^{-1}) sobre $\%q_c$ por el método de jarras y para un tiempo de contacto de 60 min, consistió en la siguiente metodología: se evaluaron siete valores de C_{HN} , a saber; 25, 50, 75, 100, 125, 150 y 200 mgL^{-1} y se preparó agua sintética (solución stock) de Fe(III) a una C_0 de 150 mgL^{-1} , esta concentración fue elegida de acuerdo con los resultados obtenidos de la sección 4.3.5.3. La solución stock se ajustó a un pH de 4.3 con ayuda de una solución valorada de NaOH al 0.1 N medida con el potenciómetro antes descrito.

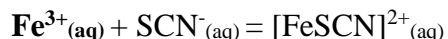
Después, en vasos Berzelius se vertieron 100 mL de agua sintética (volumen de reacción) y se agregaron 0.0025 g de H.N., posteriormente la suspensión se agitó por 1 min a una velocidad de 300 rpm para lograr una homogenización e inmediatamente se cambió la velocidad de agitación a 120 rpm por 2 min (tiempo de contacto), éste análisis se realizó a una temperatura de 25 °C. Transcurrido dicho tiempo, se procedió a centrifugar la suspensión utilizando la centrifuga y las condiciones de operación antes descritas e inmediatamente se recuperó el sobrenadante para determinar Fe(III) residual (C_f) de acuerdo con el método colorímetro de tiocianato para la determinación de Fe, dicha metodología se describe con mayor detalle en la sección 4.3.8.6. El material sólido precipitado se recuperó en cajas Petri de vidrio y se secó en estufa de calentamiento a una temperatura de 36 ± 2 °C por 12 h continuas; una vez seco el material se recuperó el polvo y se resguardo en tubos eppendorf almacenados en desecadores con sílice para su posterior análisis de MEB y FTIR. Éste estudio se realizó por triplicado para cada tiempo de contacto antes mencionado, es decir, 2, 4, 7, 10, 15, 20, 25, 30, 60, 90 y 120 min. Los valores obtenidos del $\%q_c$ se graficaron en el eje de las ordenadas *versus* el tiempo de contacto (t) en el eje de las abscisas.

4.3.8 Determinación de Fe(III) por método colorimétrico de tiocianato

Para la determinación de la cantidad de Fe(III) presente en las muestras de agua sintética antes y después del proceso de bioadsorción mediante H.N., se utilizó el método de determinación de hierro por colorimetría de tiocianato de amonio, el cual se modificó y adaptó de McFarlane, (1932), Adams, (1995), Niedzielski y col., (2014) y Nyasulu y Barlag, (2011). Para la determinación de Fe(III) se tomaron 1.0 mL de cada una de las muestras de agua sintética de acuerdo a lo reportado en las secciones del apartado 4.3.5.3 y 4.3.5.4. Para ello se les agregó 1.0 mL de solución de HCl a 0.1 M y la mezcla se homogenizó con ayuda de un vortex por 10 segundos, lo anterior se realizó con la finalidad de mantener todo el hierro en oxidación férrica.



A la mezcla obtenida se agregó 1 gota de permanganato de potasio 0.15 M y 1.0 mL de solución de tiocianato de amonio 1 M; inmediatamente se homogenizó con ayuda del vortex por 10 segundos, con la finalidad de mantener todo el hierro disponible para formar complejo del monotiocianato férrico en el equilibrio.



Posteriormente, toda la mezcla se dejó en reposo por 15 min y después fueron leídas en un espectrofotómetro UV (marca Shimadzu, modelo UV-1800 UV/Visible, Japón), a una longitud de onda de 490 nm. Por otra parte, para establecer la curva de calibración, se analizaron controles con aguas sintéticas antes de la remoción (la metodóloga se presenta en el anexo 1) y se usó un factor de 10 por las diluciones hechas para mediciones que superaran los 20 mgL⁻¹ de hierro elemental. La determinación de Fe(III) presente en las muestras de agua sintética después del proceso de bioadsorción se calcularon de acuerdo a los parámetros de la ecuación de la línea recta de la **Tabla 4**.

Tabla 4. Valores de la pendiente B y ordenada al origen A.

Parámetro	Valor	Error	Ecuación
A	0.00814	0.00364	Y = B * X + A
B	0.0836	0.000333	

4.3.9 Ajuste de datos al modelo matemático

4.3.9.1 Cálculo del porcentaje de Fe(III) removido

El porcentaje de Fe(III) bioadsorbido (% q_c) mediante la H.N. se calculó usando la siguiente formula de acuerdo a Nharingo y col., 2015.

$$\%q_c = \frac{(C_o - C_f)}{(C_o)} \times 100 \quad (4.6)$$

Donde C_o es la concentración inicial de Fe(III) en mgL^{-1} y C_f es la concentración final de Fe(III) en mgL^{-1} .

Por su parte, la capacidad de biosorción de Fe(III) en el equilibrio mediante la H.N. se calculó utilizando la siguiente fórmula:

$$q_e = \frac{(C_o - C_f) * V}{M} \quad (4.7)$$

Donde q_e es la capacidad de biosorción en el equilibrio en mgg^{-1} (miligramos de sorbato por gramo de sorbente), V es el volumen de reaccion del agua sintética y M es la masa de H.N. (biosorbente) aplicada en cada uno de los experimentos (Flores y col., 2013; Kyzas y Kostoglou, 2014; Nharingo y col., 2015).

5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el presente trabajo se estudió el potencial de la H.N. como biosorbente para iones metálicos de Fe(III) presente en aguas sintéticas mediante el método de jarras, así como los factores que tienen un mayor efecto sobre la capacidad de bioadsorción. Los resultados de las mediciones se reportan bajo el Sistema Internacional de Unidades (SI) (Gutiérrez y Guardado, 2010).

5.1 Rendimientos de H.N. y análisis químico proximal

El rendimiento de la H.N. obtenida a partir de nopal fresco sin espinas de 30 - 35 días de maduración fue de ~ 4.7% en base seca; los valores fueron obtenidos a partir de balances de materia presentados en la **Tabla 5**; **Error! No se encuentra el origen de la referencia.** El rendimiento obtenido en este trabajo es del mismo orden de los rendimientos que se han obtenido de mucílago de nopal, harina de tuna, entre otros derivados del nopal (Fox y col., 2012; Villabona y col., 2013; Mostafa y col., 2014; Vieyra y col., 2015; Mannai y col., 2016).

Tabla 5. Rendimiento de la Harina de Nopal.

Componente	kg	%
Nopal fresco sin espinas	6.250	100.0
Agua	5.957	95.31
Harina de nopal*	0.293	4.69

*La harina de nopal presentó un $4.94 \pm 0.14\%$ de humedad.

Con respecto a los resultados del análisis químico proximal de la H.N., éstos se muestran en la **Tabla 6**, además en ésta se presentan datos obtenidos por otros autores con la finalidad de hacer una comparación entre dichos datos y los obtenidos en el presente trabajo. En la **Tabla 6** se puede observar que el contenido de humedad (4.97 g/100 g de muestra) es del mismo orden a lo reportado por Hernández y col., (2011), sin embargo, difiere de los resultados reportados por otros autores. Dichos resultados probablemente se deben a una falta de control de las muestras, sobre todo a diferentes tiempos de exposición de las mismas a la humedad después del secado y antes de realizar la medición de humedad. Además, del

proceso de secado de las mismas, algunos estudios sugieren que 60 °C es la temperatura óptima de secado por estufa (López y col., 2011).

Lo que respecta a los valores para cenizas y extracto etéreo, éstos mantienen similitud con respecto a los datos reportados por Rodríguez y col., (2007), López y col., (2011) y Hernández y col., (2011), quienes caracterizaron harinas de nopal de condiciones biológicas equivalentes, como estado de maduración, especie y sin espinas, lo cual muestra que el método de secado solar implementado en el presente estudio no afectó la composición química natural de la muestra de nopal y podría aplicarse a procesos en escalas mayores. Con relación a los valores de nitrógeno total, se puede observar que los resultados tuvieron diferencias respecto a los encontrados por Hernández y col., (2011), y López y col., (2011); este resultado puede ser atribuido a la edad de maduración de los cladodios, ya que sea mencionado que conforme se incrementa la edad de maduración de los cladodios, el contenido de nitrógeno total se reduce. En ese sentido, los datos obtenidos en el presente trabajo coinciden con lo reportado por Loubet, (2008) y Castillo y col., (2013), quienes trabajaron con cladodios de 30 días de maduración.

Por otro lado, la H.N. del presente trabajo presentó un alto contenido de carbohidratos totales con respecto a los reportados por Castillo y col., (2013), sin embargo, mostró valores cercanos a los obtenidos por López y col., (2011), quienes usaron nopales de 40 días de maduración y de la misma especie. El alto valor de carbohidratos de la harina de nopal está ligado al estadio de cosecha, debido a que en este periodo los niveles de ácidos urónicos y polisacáridos pépticos son importantes para el desarrollo de la planta (Ribeiro y col., 2010). En general, los datos reportados para la composición química de la H.N. se encuentran dentro de los intervalos generales documentados en la literatura (Lemos y col., 2017).

En la literatura se ha reportado que los estados de maduración, la temporada de cosecha y las regiones geográficas de producción agrícola son algunos factores que influyen principalmente en la composición química del nopal para varias especies (Ramírez y col., 2007; Rodríguez y col., 2007; Contreras y col., 2011; Hernández, Pérez y Rodríguez, 2011; Mostafa y col., 2014; Méndez y col., 2015; Pérez y col., 2015; Chinedu, Benjamin, y Peter, 2017; FAO, 2018).

Tabla 6. Resultados del análisis de la composición química de la Harina de Nopal.

Determinación	H.N.	a	b	c	d	e
Humedad	4.94	4.06±0.02	5.49±0.13	5.03	1.63±0.11	5.25
Cenizas	19.64*	18.41±1.64	22.11±0.06	17.65	20.46±0.30	20.28±0.19
Extracto Etéreo	3.34*	3.00±0.03	1.63±0.17	2.16	2.30±0.35	3.03±0.38
Nitrógeno total	8.43*	14.22±1.23	8.82±0.03	7.07	7.52±0.05	12.66±0.80
Fibra Dietética	sd	55.09±1.30	15.73±0.27	11.00	6.15±0.43	47.65±0.00
Total						
Carbohidratos totales	68.59**	35.09***	61.95***	42.94	68.09	16.38

Sin datos: sd. *Valores obtenidos en porcentaje base seca. **Dato incluye fibra dietética total. ***Datos calculados con base a lo reportado por cada autor. Para el cálculo de los carbohidratos totales se determinó por medio de la diferencia del total restando los demás componentes presentados en esta tabla. Los valores aquí mostrados son la media de tres replicas ± desviación estándar. H.N. es harina de nopal. El análisis se realizó por triplicado. a) Rodríguez y col., (2007); b) Loubet (2008); c) Hernández y col., (2011); d) López y col., 2011; e) Castillo y col., (2013).

5.2 Microanálisis morfológico y elemental de la H.N.

En las imágenes de la **Figura 11a-d** se presentan las micrografías de partículas, tamizadas a través de la malla #100, de la harina de nopal mediante luz blanca, luz polarizada y la técnica de Epi-fluorescencia. En éstas se puede ver la morfología, la superficie, la porosidad y la textura de las partículas, así como la microestructura y la forma de los componentes presentes en la H.N. (partículas, fibras y mucilago); por ejemplo, en las micrografías de la **Figura 11a-b** se pueden ver partículas con estructuras planas y lisas, así mismo se observaron partículas con estructuras fibrilares y porosas (**ver Figura 11b**). En esta última micrografía obtenida con luz polarizada se puede ver con mejor detalle la microestructura interna de este tipo de partículas; además, el efecto de dicha luz permitió diferenciar fibras entrelazadas, las cuales interactúan entre partículas deshidratadas de diferentes tamaños de la H.N. con la presencia de compuestos mucilaginosos (**ver Figura 11b**). También, con la técnica de microscopia utilizando luz polarizada se logró identificar la presencia de celulosa y/o compuestos cristalinos como oxalatos de calcio como parte de las estructura y componentes de la H.N. (**ver Figura 11c** dentro del círculo rojo).

Finalmente, con el apoyo de la técnica de Epi-fluorescencia con filtros de excitación de 330-380 nm, 450-490 nm y 510-560 nm se logró observar la presencia de compuestos fluorescentes (**ver Figura 11d** círculo azul), cromóforos de lignina con emisión en el espectro verde, así como del espectro rojo asociado a la degradación de productos de ligninas, los cuales de manera natural se encuentran en el material vegetal del nopal de la familia de las cactáceas (Vieyra y col., 2015).

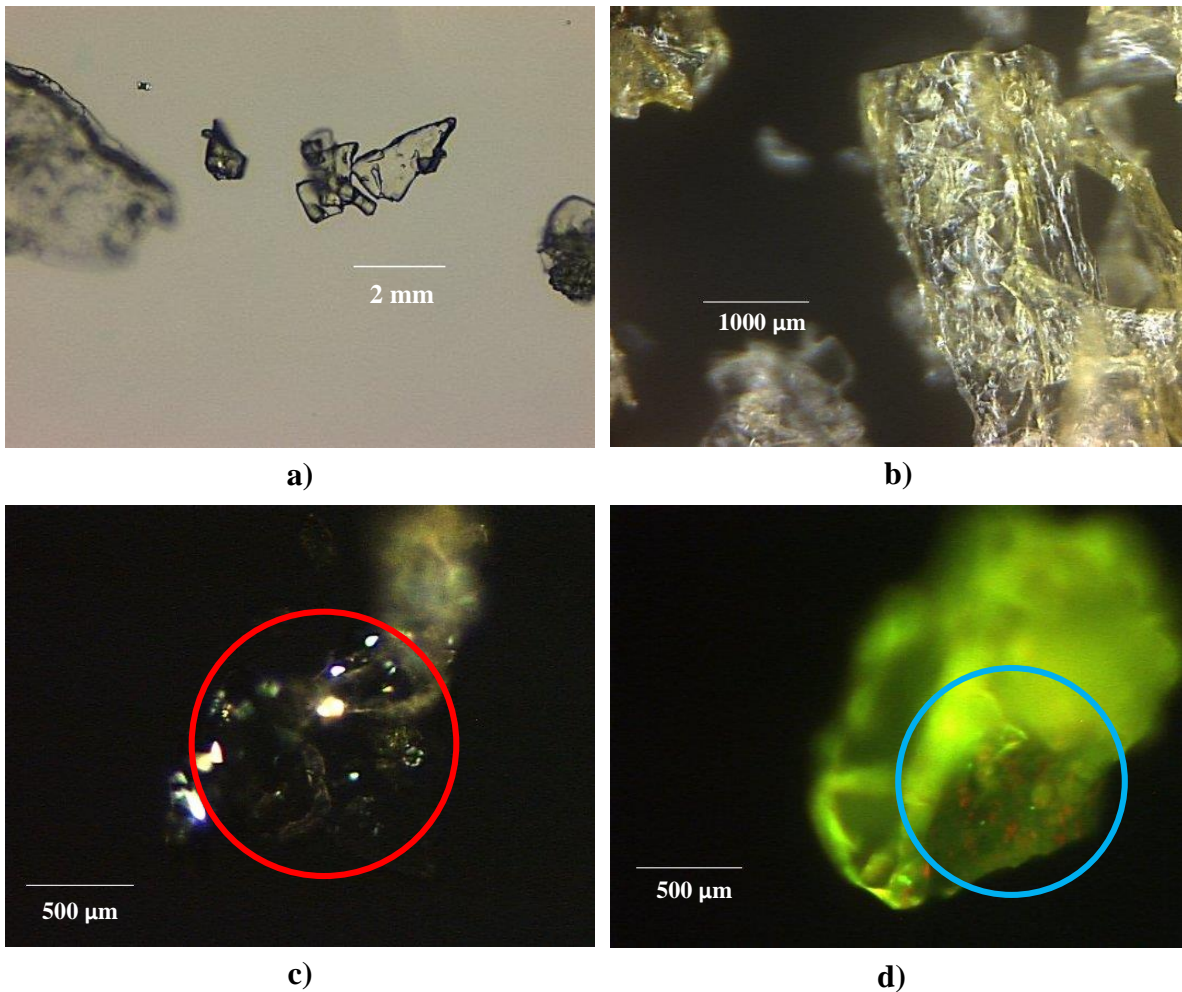


Figura 11. Micrografías por microscopía fotónica de partículas de la H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. tamizada en malla #100. **a)** En campo claro, magnificación de 10X. **b)** En luz polarizada, magnificación de 20X. **c)** En luz polarizada, magnificación de 40X. **d)** Microscopía de Epi-fluorescencia, lámpara de mercurio, magnificación de 20X.

La estructura y morfología a nivel microscópico de partículas que componen la H.N. se presenta en las micrografías de la **Figura 12a-d**; éstas fueron obtenidas a diferentes magnificaciones mediante microscopía electrónica de barrido. En las micrografías presentadas en dicha figura se puede ver con mayor amplitud la distribución de tamaños de las partículas que constituyen la H.N. tamizada por la malla #100, la cual corresponde a un tamaño de poro de 150 μm (**Figura 12a**); este resultado está de acuerdo con datos y aspectos generales reportados por varios investigadores al momento de presentar diámetros y longitudes de partículas obtenidas a partir de materiales biológicos (León, 2010; Madera y col., 2018; Soberanis y col., 2021). Con el apoyo del detector de electrones retrodispersos (BSD por sus siglas en inglés) se logró observar la morfología y microestructura de las partículas de la H.N., éstas presentan de manera general una textura irregular con porosidades heterogéneas en casi toda su estructura y un aspecto fibroso tal y como se puede ver en la **Figura 12b** (Vieyra y col., 2015). La presencia de poros en la superficie de las partículas de H.N. puede promover la adsorción de iones de Fe(III) durante los procesos de remoción (Ghasemi y col., 2014).

También en algunas partículas de la H.N. se pudieron detectar la presencia de diversos minerales, los cuales se pueden observar en las micrografías de la **Figura 12c-d**. En la micrografía (**Figura 12c**) se pueden ver estructuras cristalinas asociadas a minerales de oxalato de calcio, éstas presentan formas de racimos de cristales denominadas drusas, así como fragmentos de las mismas originadas por el proceso de pulverización. Este tipo de estructuras cristalinas también fueron observadas por Vargas, (2019), quien reportó estas estructuras de oxalatos de calcio en nopales de la misma especie y con edad de maduración de 80 días. También, este tipo de estructuras fueron observadas por Contreras y col., (2011) en nopales de la variedad redonda. Finalmente, en la micrografía mostrada en la **Figura 12d** se puede ver un acercamiento de las estructuras cristalinas formadas en los nopales y por consecuencia en la harina obtenida de éstos. De acuerdo con lo anterior, se puede comprobar y confirmar la descripción de estructuras físicas y morfología de la superficie de las partículas de H.N., así como la presencia de elementos característicos del nopal *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.; estos elementos descriptivos ayudan a justificar de manera general los fenómenos de adsorción.

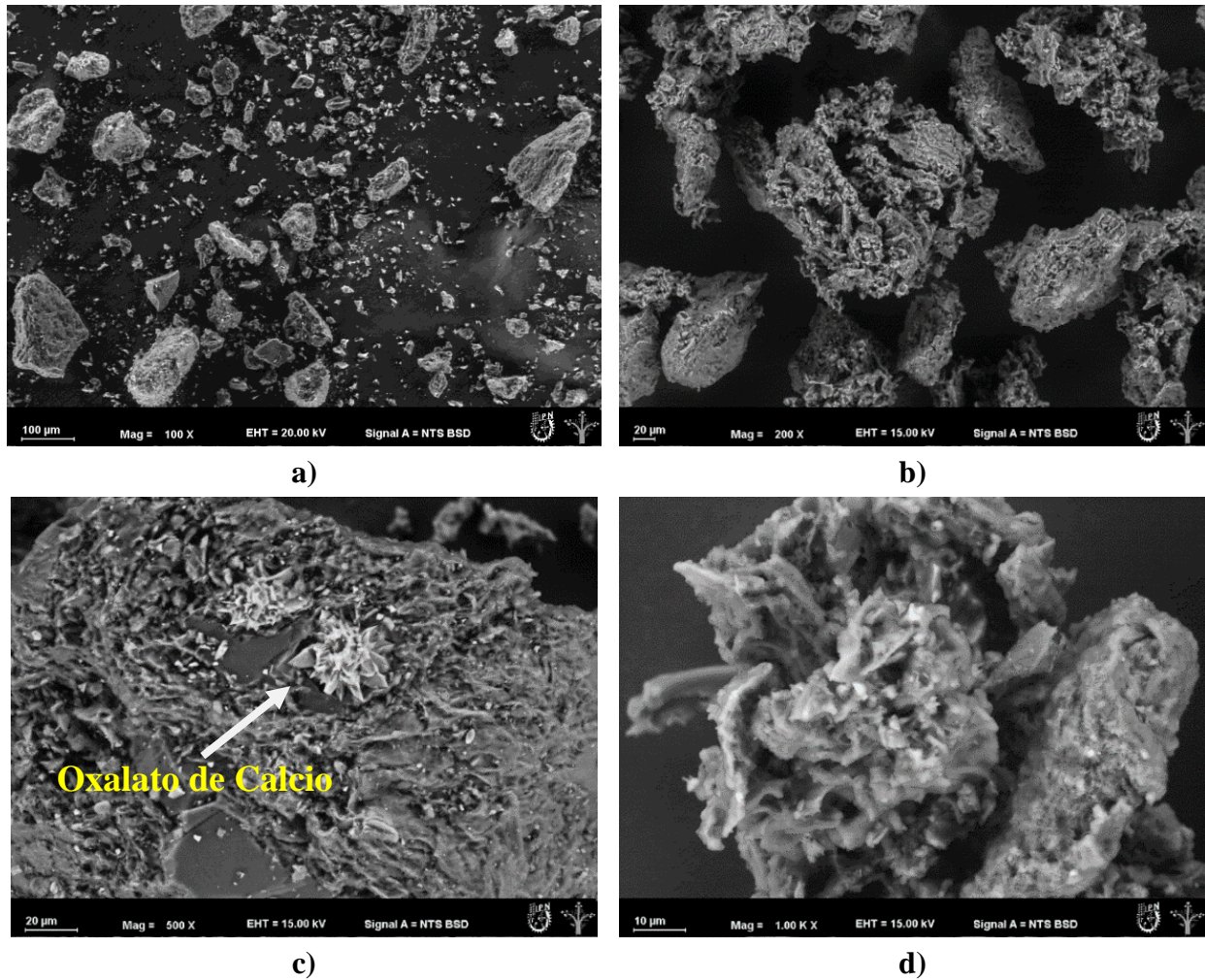


Figura 12. Micrografías de partículas de H.N *Opuntia ficus indica* (L.) Mill. tamizada en malla #100 obtenidas por microscopia electrónica de barrido. **a)** Magnificación de 100X. **b)** Magnificación de 200X. **c)** Cristales de oxalato de calcio presentes en H.N, magnificación de 500X. **d)** Cristales de oxalato de calcio presentes en H.N magnificación de 1000X.

Por otro lado, con la finalidad de continuar con la caracterización química de la H.N., se realizaron estudios de microanálisis elemental mediante energía dispersiva antes del proceso de remoción de Fe(III), los resultados se presentan en la **Figura 13a-b**. En la **Figura 13a** se presenta el espectro de energía dispersiva (picos) que muestra la existencia de elementos químicos identificados en la H.N., en esta figura se puede ver la presencia de minerales como potasio, calcio, magnesio, fósforo y otros elementos como azufre y cloro. La identificación

de estos minerales puede deberse a la presencia e identificación de drusas en las muestras de H.N. Además, este resultado es consistente con los resultados del análisis químico proximal relacionado con el porcentaje de cenizas (**ver Tabla 6**). Este resultado es consistente y comparable a los reportados por otros autores (Loubet, 2008; Santos, 2010; López y col., 2011; Castillo y col., 2013), quienes reportan que la principal composición de cenizas se debe a la presencia de calcio (Ca) y potasio (K), lo cual fue confirmado en el microanálisis elemental de la H.N. que mostró valores del 61.4% para potasio, 18.4% para calcio y 9.56% para magnesio; dichos resultados de muestran en la **Figura 13b**.

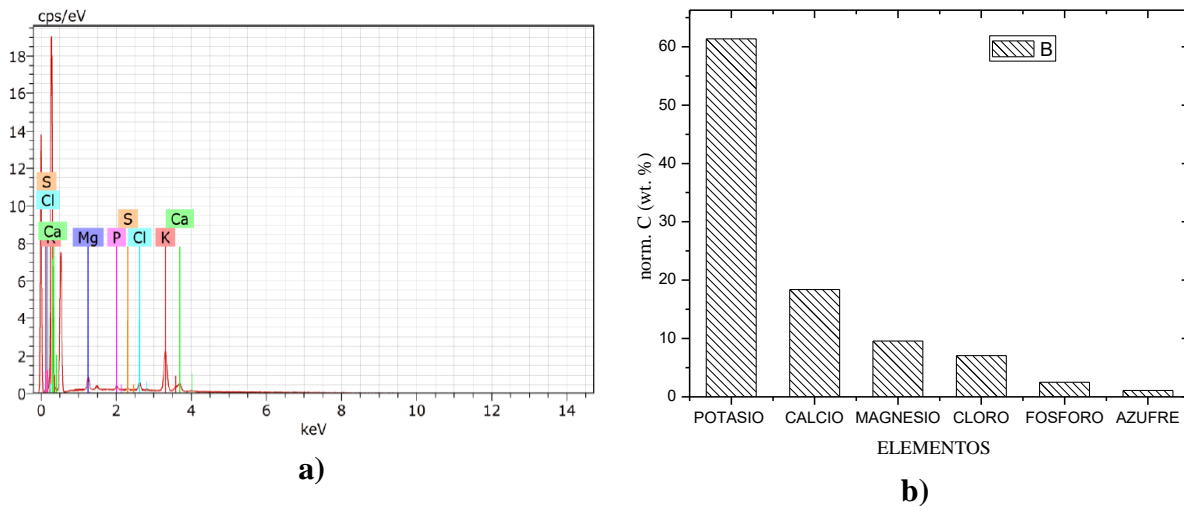
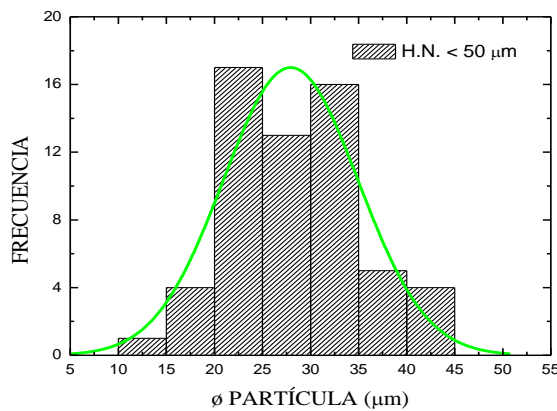


Figura 13. Microanálisis elemental de H.N *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. **a)** Espectro obtenido con energía dispersiva. **b)** Contenido porcentual de elementos identificados en el espectro con energía dispersiva.

5.3 Análisis de tamaño de partícula de H.N.

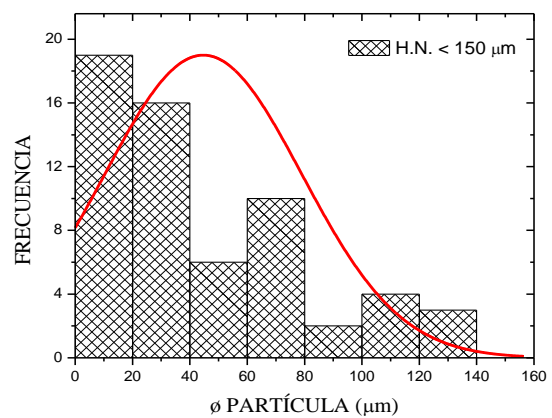
Las micrografías y los resultados del análisis de tamaño de partícula de la H.N. tamizada a través de las mallas #100 y #325, las cuales corresponden a partículas <150 μm y partículas <50 μm , respectivamente, se presenta en la **Figura 14a-d**. Para el análisis del tamaño de partícula se obtuvieron 50 micrografías de los diferentes lotes de la H.N., en la **Figura 14c-d** se presentan dos micrografías que corresponden a cada uno de los lotes. Se seleccionaron 200 partículas de 50 micrografías obtenidas de cada uno de los lotes, a los cuales se les midió el diámetro; los resultados obtenidos se presentan en los histogramas (**Figura 14a-b**), en éstos se puede observar que los diámetros de las partículas de H.N. que pasaron por la malla #325 muestran una distribución de tamaños de diámetro del tipo gaussiana normal, con diámetros entre 10 - 45 μm y un diámetro promedio de 28 μm .

Las partículas que pasaron por la malla #100 presentan una distribución de tamaños de diámetros tipo gaussiana amplia e inclinada hacia valores de menores de 40 μm . En este histograma se puede ver que hay muchas partículas en el intervalo de 5 - 40 μm y un menor porcentaje con diámetros mayores a 100 μm ; este lote de H.N. tuvo un diámetro promedio de 78 μm .



a)

5



b)

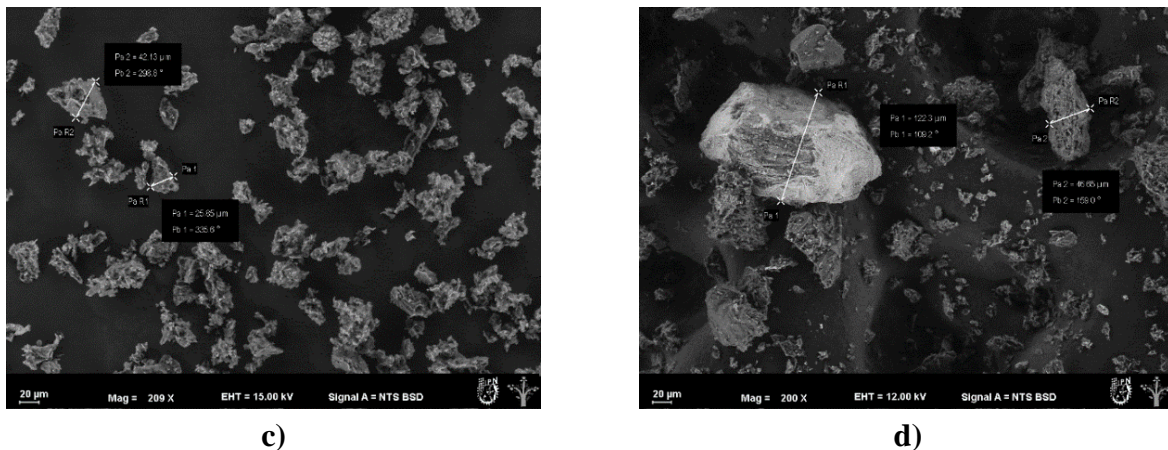


Figura 14. Histograma de distribución de tamaño de partícula, **a)** Harina de nopal con tamaño de partícula < 50 μm . **b)** Harina de nopal con tamaño de partícula < 150 μm . Micrografía de harina de nopal, **c)** Tamaño de partícula < 50 μm . **d)** Tamaño de partícula < 150 μm .

Estos resultados indican que las H.N. tamizadas por las diferentes mallas, muestran una diferencia significativa en el tamaño de partícula promedio; dicho resultado puede mostrar influencia en el proceso de coagulación-floculación de los sistemas H.N.—Fe(III) de acuerdo a lo reportado en la literatura, donde se indica que la influencia del incremento de la superficie de contacto, aumenta considerablemente el porcentaje de remoción (Barka y col., 2010).

Durante los experimentos del estudio del efecto de la concentración de harina de nopal de la sección 5.5.3, también se realizara un estudio comparativo entre los dos tamaños de partícula obtenidos (<150 y <50 μm), para evaluar el efecto del incremento del área de contacto sobre la capacidad de sorción de la H.N.

Además, en algunos estudios se menciona la correlación que existe entre el tamaño de partícula de H.N. con respecto a su composición química; se ha referido que las fracciones de partículas pequeñas (< 63 μm) contienen productos de degradación de clorofilas, así mismo se ha visto que fracciones entre 100 - 200 μm comprenden propiedades funcionales como capacidad de absorción de agua e índice de solubilidad en agua, por lo anterior, es posible relacionar la influencia que tiene el tamaño de partícula sobre los efectos en sus propiedades fisicoquímicas (Nabil y col., 2019). Entre menor sea el tamaño de partícula de un biosorbente mayor será el porcentaje de remoción del ion metálicos presente (Ben Rebah

y Siddeeg, 2017); por ejemplo, para tamaños de partícula $<75 \mu\text{m}$ de H.N. se han observado porcentajes de remoción del 100% de Pb(II) (Nharingo y col., 2015).

5.4 Análisis FTIR de la H.N.

En la **Figura 15** se muestran los resultados de espectroscopia por infrarrojo para la caracterización estructural de la H.N. pura, en un intervalo de frecuencias estudiado de $500 - 4500 \text{ cm}^{-1}$. En dicha figura se puede ver una banda en una longitud de onda de 667 cm^{-1} , ésta se encuentra relacionada con la vibración molecular para grupos hidroxilo ($-\text{OH}$) flexión fuera de plano; también se observa una banda a 827 cm^{-1} con extensión en la conformación 2'-endo de azúcares, este enlace molecular ha sido asignado a compuestos aromáticos fenólicos que propiamente pueden ser característicos de la H.N. (Dovbeshko y col., 2002; Vishali y Karthikeyan, 2014; Vieyra y col., 2015). También, se pueden ver otras bandas en las frecuencias de 775 y 888 cm^{-1} correspondientes al estiramiento molecular asimétrico (ν_3) de la deformación de grupos carboxilatos ($\text{O}-\text{C}-\text{O}$) de monohidrato de oxalato de calcio y vibraciones a la flexión fuera del plano (ν_4 y modo ν_2) relacionado con el carbonato de calcio (calcita), respectivamente. Estos minerales de calcio han sido identificados en cladodios de estadios jóvenes (Loubet, 2008; Contreras y col., 2015; Vargas, 2019).

La banda a 1036 cm^{-1} está relacionada con la vibración molecular para grupos éter ($\text{C}-\text{O}-\text{C}$) e hidroxilos ($-\text{OH}$), pertenecientes a estructuras de residuos y unidades de glucosa, especialmente en formas α -d-piranosas de polisacáridos presentes en las pectinas del mucílago del nopal (Ishurd y col., 2010; Fox y col., 2012; Barka y col., 2013a; Rodríguez y col., 2014; Nharingo y Moyo, 2016). La banda mostrada para una longitud de onda de 1241 cm^{-1} está relacionada para grupos asimétricos fosfato ($\text{P}=\text{O}$), asociados a los ácidos nucleicos (Fox y col., 2012). El estiramiento molecular para 1310 cm^{-1} vibra en enlaces ($\text{C}-\text{O}$), esta frecuencia se encuentra dentro de la región ($1250 - 1400 \text{ cm}^{-1}$) de identificación de alcoholes alifáticos primarios y secundarios asociados a la celulosa de H.N. (Vieyra y col., 2015).

Las pectinas en el mucílago de nopal se han correlacionado con vibraciones de estiramiento a 1395 cm^{-1} asignada a grupos carboxilo ($-\text{COOH}$) iónicos simétricos o asimétricos (Fox y col., 2012; Rodríguez y col., 2014; Bayar, Kriaa, y Kammoun, 2016; Nharingo y Moyo, 2016).

La banda pronunciada a 1600 cm^{-1} se asocia a estiramientos del doble enlace carboxílico ($\text{C}=\text{O}$) relacionados con ligninas de materiales fibrosos de origen biológico (Mizi, Dasong, y Biao, 2012; Barka y col., 2013a). Además, se observó una región con cuatro bandas pequeñas mostrando señales para 1980 , 2103 , 2160 y 2322 cm^{-1} , correspondientes al estiramiento de enlaces $\text{O}-\text{H}$ y $\text{C}-\text{C}$ de ácidos carboxílicos y alquenos, así como de enlaces glicosídicos, respectivamente (Onditi y col., 2016; Kalegowda, Singh y Nanjaraj, 2017). Una banda en 2850 cm^{-1} se asocia para el estiramiento de enlaces $-\text{CH}_2$ en grupos carboxílicos (Barrera y col., 2006). Una banda a 2921 cm^{-1} se encuentra dentro de la región de vibración de estiramiento asimétrico en $-\text{CH}_2$ de cadenas acil-lipídicas (Fabian y col., 1995), $-\text{CH}_3$ de ácidos alifáticos y alcanos (Nharingo y Moyo, 2016; Barbera y Gurnari, 2018) y en extensión de enlaces $\text{C}-\text{H}$ en grupos ésteres metílicos asociados al ácido galacturónico (Gopi, Kanimozhi y Kavitha, 2015). Una banda amplia con pico máximo en 3286 cm^{-1} se correlaciona con la presencia de grupos hidroxilo ($\text{O}-\text{H}$) relacionado con extensión molecular de alcoholes o ácidos carboxílicos de la celulosa, así como para grupos amino ($\text{N}-\text{H}$) de diversos aminoácidos presentes en la H.N. (Fox y col., 2012; Barka y col., 2013a; Rodríguez y col., 2014; Louati, y col., 2018).

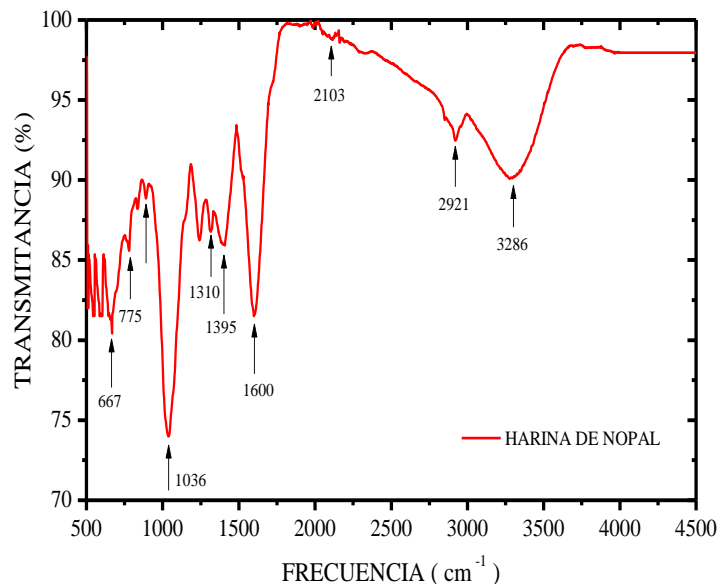


Figura 15. Espectro por FTIR de la H.N. con tamaño de partícula $<150\ \mu\text{m}$ antes del proceso de remoción de iones de Fe(III) .

Por otra parte, en la **Figura 16a-b** se comparan los resultados de espectroscopia por infrarrojo de las bandas de H.N. pura contra las bandas de la H.N. después del proceso de remoción de iones de Fe(III) descritos en la sección 5.5.3; el estudio y análisis comparativo se realizó para concentraciones aplicadas de H.N. de 25 y 100 mgL⁻¹ así como de los dos tamaños de partícula aplicada para cada concentración de aplicación (<150 y <50 μm).

Los resultados obtenidos a partir del análisis de los espectros de FTIR mostraron una mayor intensidad de las bandas para aquellos análisis de partículas <50 μm (ver **Figura 16b**) con respecto a las <150 μm (ver **Figura 16a**), esto se debe principalmente al efecto del incremento del área de superficie de contacto, puesto que para menores tamaños de partícula mayor será el porcentaje de transmitancia (%T), lo cual puede asociarse con el incremento de la capacidad de interacción electrostática de los sitios activos responsables de la remoción.

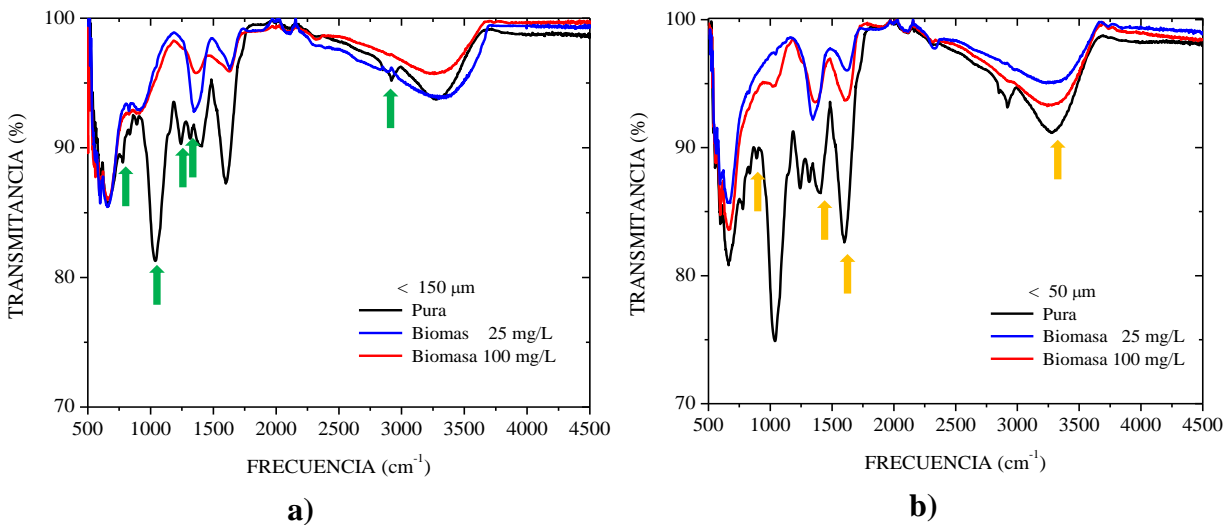


Figura 16. Espectros por FTIR de H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. antes y después del proceso de remoción de iones de Fe(III) presente en agua sintética para un pH de 4.3 para dos C_{HN} de 25 y 100 mgL⁻¹. **a)** Tamaño de partícula de 150 μm y **b)** 50 μm.

Por otro lado, en la comparación de bandas para la concentración mínima de aplicación de H.N. evaluada en este estudio (25 mgL⁻¹) y la que mostro máxima bioadsorción (100 mgL⁻¹) al menor tiempo de contacto (60 min), sugieren que los principales grupos funcionales involucrados en el proceso de remoción de Fe(III) fueron aquellos que manifestaron

simultáneamente la disminución total (ver flechas verdes de la **Figura 16a**) o parcial (ver flechas amarillas de la **Figura 16b**) de las señales del porcentaje de transmitancia en comparación con las bandas de la H.N. pura; éstos grupos funcionales corresponden a los grupos carboxílicos iónicos simétricos o asimétricos ($-\text{COOH}$), hidroxilo ($-\text{OH}$), carbonilo ($-\text{C}=\text{O}$) y amino ($\text{N}-\text{H}$), también reportados e identificados por otros trabajos publicados (Sellami y col., 2014, Nharingo y Moyo, 2016, Barbera y Gurnari, 2018; Bouaouine y col., 2018). Además de otros grupos como carboxilato ($\text{O}-\text{C}-\text{O}$), ésteres metílicos ($-\text{C}-\text{O}-\text{CH}_3$), fosfato asimétrico ($\text{P}=\text{O}$) y acilo ($-\text{CH}_2-\text{O}-\text{O}$) reportados en este trabajo.

De acuerdo con lo anterior, se puede deducir que el efecto del mecanismo de coagulación-floculación de la H.N. para la bioadsorción de Fe(III) disuelto en agua está relacionado con las moléculas antes descritas y que constituyen la H.N., como lo son los ácidos galacturónicos (presentes principalmente en pectinas de mucílago de nopal), oxalatos de calcio, ácidos nucleicos, celulosa, lípidos, ácidos alifáticos, alcanos y aminoácidos (Contreras y col., 2016; González, 2019).

También es bien conocido que los carbohidratos presentes en el mucílago del nopal, tales como los polímeros de azúcares ramificados, constituyen fuertes regiones de grupos funcionales que aportan interacciones electrostáticas importantes, las cuales a su vez permiten realizar el proceso de floculación bajo condiciones óptimas de proceso establecidas (Ishurd y col., 2010; Michalak y col., 2013; Bouatay, y Mhenni, 2014; Nharingo y col., 2015; Bayar y col., 2016; Barbera y Gurnari, 2018).

5.5 Análisis de adsorción de Fe(III) mediante H.N.

5.5.1 Efecto del pH

Las gráficas de potencial Z como función del pH de los sistemas de H.N.— Fe(III) se muestran en la **Figura 17**. Es importante mencionar que previo a este estudio se realizó la determinación del efecto del gramaje de masa de la H.N. en el potencial Z (análisis realizado por triplicado). De dicho estudio (sección 4.3.5.1) se observó que para una masa de 10 mg de H.N. en 0.1 L de agua sintética con 100 mgL^{-1} de Fe(III) , se obtuvo un potencial Z de +2.1479 mV, valor muy cercano a cero y dentro del intervalo de operaciones eficientes para procesos de coagulación-floculación (+5 y -5 mV). En la literatura se encuentran reportados

otros valores de potencial Z diferentes con respecto a lo encontrado en el presente estudio; dichas diferencias están relacionadas con parámetros como el pH, la temperatura de los ensayos, concentración y especie de iones metálicos a remover mediante H.N. o de sus derivados (Nharingo y col., 2015; Bouaouine y col., 2018). Con el resultado de gramaje antes mencionados (10 mg, es decir, $C_{H.N.}=100 \text{ mgL}^{-1}$), se realizó el análisis del efecto del pH en sistemas H.N.–Fe(III) con el propósito de identificar el pH de operación que asegurara un proceso de coagulación-floculación para Fe(III).

En la **Figura 17** se puede observar el efecto del pH (2 – 10) sobre el valor del potencial Z. La comparación de los resultados del efecto se realiza para tres concentraciones de H.N. en aguas sintéticas para 0.1 L de agua sintética a 100 mgL^{-1} de Fe(III) (ver curvas con símbolos rojos, verdes y azules) y un experimento con el agua sintética sin aplicación de H.N. (cuadros negros); es necesario comentar que para valores de pH mayores a 4.5 se observó la precipitación del Fe(III), mientras que en el intervalo de pH entre 2 - 4.5, el Fe(III) se mantuvo soluble y estable en las soluciones y de forma visual se observó que para estos valores de pH las soluciones se tornaron de un color amarillo pasando al dorado y de ahí al anaranjado cobrizo.

Un pH de 4 mostro valores del potencial Z entre +5 y -5 mV (valores asociados a la optimización de procesos de coagulación-floculación) para $C_{H.N.}$ de 100 mgL^{-1} (**Figura 17** símbolos rojo) por lo cual, considerando la curva de la gráfica mostrada, un valor de 4.3 de pH permitirá obtener valores de potencial Z muy cercanos a cero; éste valor de pH es comparable con lo respetado por Razmovski, y Šćiban, (2008) en análisis similares de biosorción de Fe(III). Además, éste resultado es consistente con la solubilidad de especies oxidadas de Fe(III) que se presentan en intervalos de pH de entre 1 a 4, lo que permite en la naturaleza la absorción de Fe por medio de las raíces de especies vegetales, a pesar de que el Fe(II) se encuentra en mayor proporción disuelto en suelos (Lindsay y Schwab, 1982).

En el presente estudio después de la aplicación de la H.N. en las aguas sintéticas para remover el Fe(III) se logró obtener un pH entre 6.3 - 6.5.

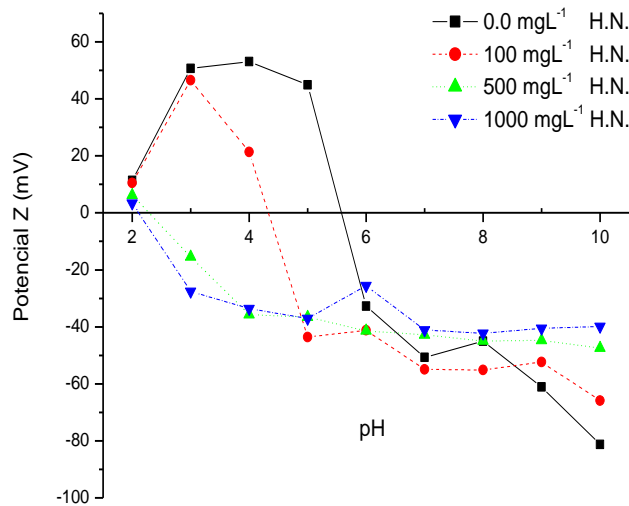


Figura 17. Efecto del pH sobre las medidas de potencial Z de agua sintética de Fe(III) a una concentración de 100 mgL⁻¹ para tres diferentes concentraciones de H.N.

5.5.2 Efecto de la concentración inicial de Fe(III)

Una vez establecido el pH de operación de 4.3, de acuerdo con la sección 5.5.1, se procedió a realizar los estudios cinéticos para el análisis del efecto de la concentración inicial de Fe(III) y del tiempo de contacto, comparando los resultados para dos diferentes tamaños de partícula (<150 μm y <50 μm), los resultados se presentan en la **Figura 18a-b**, respectivamente.

Estos experimentos se realizaron para diferentes concentraciones iniciales de hierro ($C_0 = 100, 125, 150$ y 200 mgL^{-1}), para una $C_{\text{HN}} = 100 \text{ mgL}^{-1}$ a temperatura ambiente de $25 \text{ }^\circ\text{C}$ y para diferentes tiempos de contacto (2, 4, 7, 10, 15, 20, 25, 30, 60, 90 y 120 min). Las barras que están dentro de los símbolos indican la desviación estar de al menos 9 repeticiones de las mediciones determinadas.

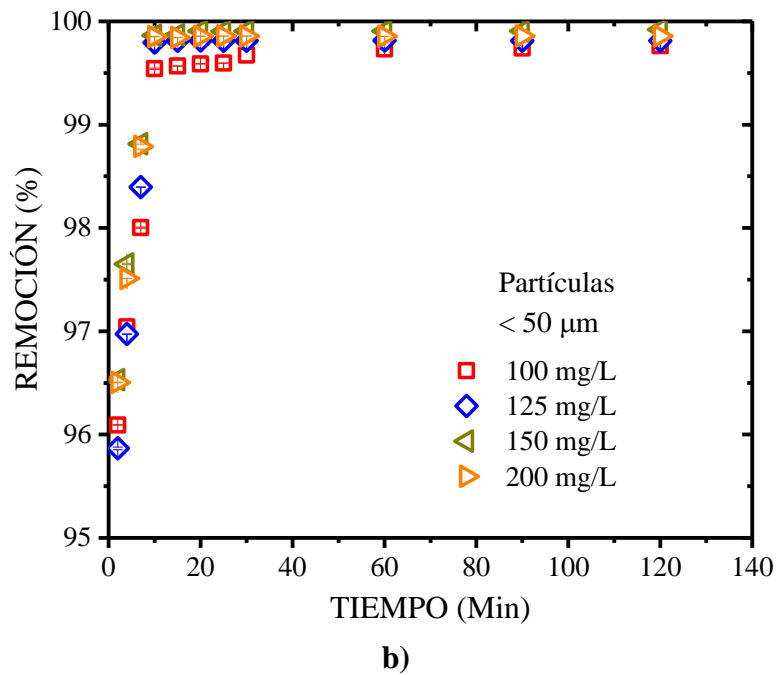
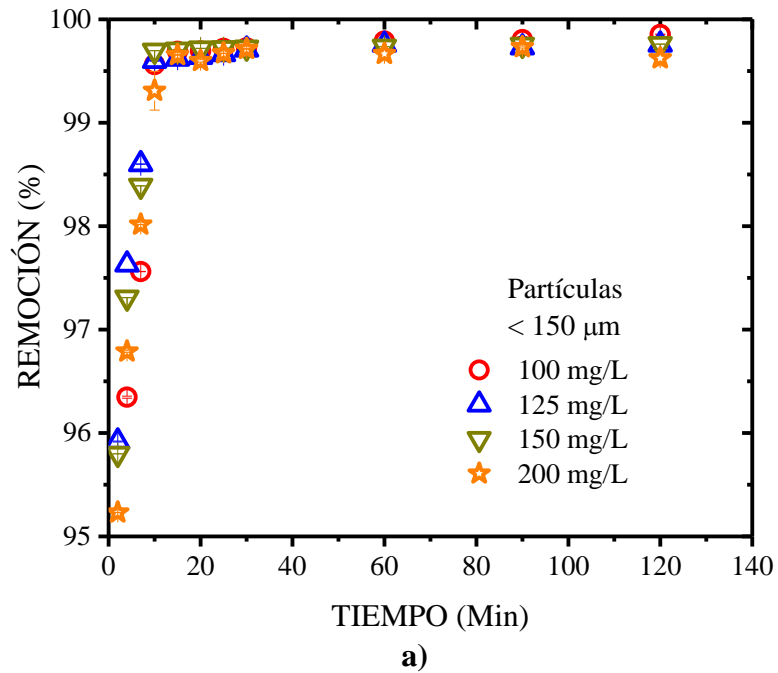


Figura 18. Cinéticas de adsorción de iones metálicos de Fe(III) mediante H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. para $C_0 = 100, 150, 150$ y 200 mgL^{-1} de Fe(III), $\text{pH} = 4.3$, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ y diferentes tiempos de contacto. **a)** $D = 150 \text{ } \mu\text{m}$ y **b)** $D = 50 \text{ } \mu\text{m}$.

En ambas gráficas de la **Figura 18** se puede ver que tienen un comportamiento similar, es decir, éstas presentan un incremento en el porcentaje de remoción rápido para tiempo de contacto menores a 10 min, y posterior a ese tiempo se observa un valor constante (meseta) que se relaciona con el equilibrio de adsorción, el cual presenta un porcentaje de remoción de iones metálicos de Fe(III) mayor al 99% para todas las concentraciones iniciales de hierro estudiadas y los dos tamaños de partícula. Este resultado demuestra que la harina de nopal es un material con una alta capacidad y eficiencia de adsorción de iones de Fe(III), lo que es de suma importancia, ya que la H.N. es un material de origen biológico y económico en México y en otros países. Resultados similares a los obtenidos en el presente trabajo fueron reportados por otros autores (Miretzky y col., 2008; Barka y col., 2010; Barka y col., 2013a; Flores y col., 2013; Fernández y col., 2014). Barka y col., (2013a) investigaron el efecto H.N. (con un tamaño de partícula 100 - 200 μm) de la especie *Opuntia ficus-indica* en la adsorción de iones metálicos de Cd(II) y Pb(II), y obtuvieron porcentajes de adsorción entre 9.8 - 11.7% y 22 - 26%, respectivamente para tiempos de contacto de 120 min.

En otros estudios se han aplicado harinas de nopal y/o derivados de la especie *Opuntia ficus-indica* para la adsorción de iones metálicos usando tiempos de contacto mayores a los 150 min para alcanzar el porcentaje máximo de remoción, en éstas investigaciones se observaron aumentos en el tiempo de contacto con respecto al presente trabajo, estas variaciones pueden ser atribuidas a la diferencia en el pH de experimentación, ya que dicho parámetro puede modificar las características de precipitación y solubilidad de cada elemento metálicos en solución (Barka y col., 2013a; Barka y col., 2013b; Nharingo y col., 2015; Onditi y col., 2016). Por otra parte, los valores relacionados con la meseta o equilibrio de adsorción pueden estar relacionados con la saturación y/o la capacidad de adsorción de la H.N., la cual está en función de algunas características fisicoquímicas como los grupos funcionales y cavidades físicas que poseen las partículas (Barka y col., 2013a; Ghasemi y col., 2014). Con respecto a la saturación de los materiales bioadsorbentes de iones metálicos, algunos autores han discutido que ésta se debe a un suceso derivado de la saturación del material orgánico disponible, lo cual demuestra que la concentración de H.N. usada para estos experimentos resultó ser un factor importante para la adsorción de los iones metálicos de Fe(III), como ya se discutió en la sección 5.5.2.

5.5.3 Efecto de la concentración y tamaño de partícula de la H.N.

Los resultados de la remoción de iones de Fe(III) y la cantidad de iones metálicos adsorbidos (q_{rem}) como función de la C_{HN} y D , se presentan en la **Figura 19**; las barras que están dentro de los símbolos indican la desviación estándar de al menos 9 repeticiones de las medidas. Con respecto al porcentaje de remoción, para el caso de los dos tamaños de partícula de H.N., se puede ver un incremento repentino en la adsorción del Fe(III) mostrando porcentajes de remoción de 82.4% a 98.25% para tamaño de partículas de $<150 \mu\text{m}$ y de 91.65% a 99.44% para tamaño de partículas de $<50 \mu\text{m}$ cuando se aumentó la concentración de H.N. de 25 a 50 mgL^{-1} . El incremento en el porcentaje de remoción por el aumento de la concentración de H.N. puede estar asociado al incremento de sitios activos o el área superficial que tiene el material bioadsorbente por el efecto de los tamaños. Este resultado es consistente con lo reportado en otras investigaciones, en las cuales se han usado derivados de nopal como materiales de remoción (Miretzky y col., 2008; Barka y col., 2013a; Fernández y col., 2014), en dichas investigaciones se trabajó con plomo, cadmio y cromo, respectivamente.

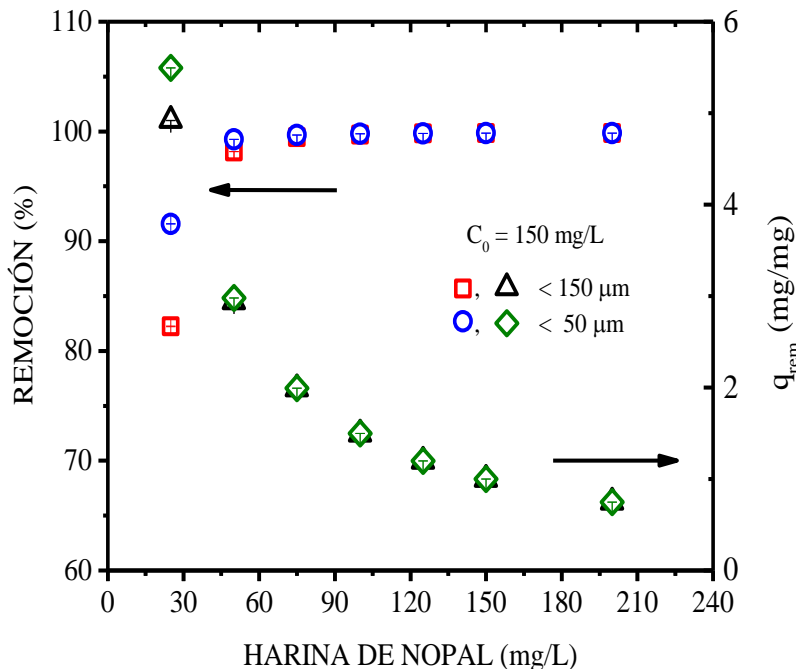


Figura 19. Efecto de la C_{HN} y D en el porcentaje de remoción y la cantidad de iones metálicos adsorbidos (para $C_0 = 150 \text{ mg/L}$ de Fe(III), un $\text{pH} = 4.3$, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ y $t = 60 \text{ min}$).

También, en la **Figura 19** se puede ver que para el intervalo de C_{HN} de 75 - 200 mgL^{-1} , para ambos D , los porcentajes de remoción de iones de Fe(III) mostraron una meseta, además los valores de %remoción no presentaron diferencias significativas para $p < 0.05$. En dicho intervalo de concentración de H.N. el $\%q_c$ promedio fue de $99.77 \pm 0.11\%$; este valor es muy cercano al 100% de remoción de iones de Fe(III) no obstante, ese pequeño porcentaje residual de iones metálicos presente en las muestras de agua puede ser explicado como una consecuencia a la posible formación de agregados de las partículas de la H.N., los cuales resultan en una disminución de la superficie activa del material bioadsorbente para una efectiva remoción.

Con respecto al efecto que presentó el D de la H.N. en el $\%q_c$ de iones de Fe(III), en la **Figura 19** se puede ver que para C_{HN} de 25 y 50 mgL^{-1} las partículas de H.N. con medidas $< 50 \mu\text{m}$ tuvieron un $\%q_c$ más alto (91.57 y 99.27%, respectivamente) comparado con los porcentajes removidos por las partículas con medidas de $< 150 \mu\text{m}$ (82.23 y 98.19%, respectivamente). Este resultado puede ser atribuido a que las partículas con tamaños más pequeños tienen un área superficial mayor con respecto a las partículas con tamaños más grandes, lo que provoca una mayor capacidad de remoción de iones metálicos (Barloková y Ilavský, 2010). Barka y col., (2013a), estudiaron el efecto del tamaño de partículas ($< 100 \mu\text{m}$, 100-200 μm , 200-500 μm y $> 500 \mu\text{m}$) de H.N. (*Opuntia ficus-indica*) en la remoción de soluciones de aguas sintéticas con 100 mgL^{-1} de Cd(II). Estos investigadores encontraron que el bioadsorbente de partículas más pequeñas mostró cantidades bioadsorbidas en el equilibrio de 11.75 gg^{-1} , mientras que el material con partículas más grandes presentó valores de 6.56 gg^{-1} ; los cambios en el porcentaje de remoción fueron atribuidos al tamaño de las partículas del bioadsorbente.

Por otra parte, con respecto la cantidad de iones metálicos adsorbidos (q_{rem}) de este trabajo, para el caso de los dos tamaños de partícula de H.N., se puede ver un decremento de forma casi exponencial en la adsorción del Fe(III) mostrando una q_{rem} de 4.92 a 0.75 mgmg^{-1} para tamaño de partículas de $< 150 \mu\text{m}$ y de 5.49 a 0.75 mgmg^{-1} para tamaño de partículas de $< 50 \mu\text{m}$, cuando se aumentó la C_{HN} en un incrementó de 25 a 200 mgL^{-1} . El decremento en la cantidad de iones de Fe(III) adsorbidos está de acuerdo con la ecuación (2.2), ya que en los experimentos realizados en el presente trabajo se mantuvo constante la C_0 y V que fue

tratado por las diferentes C_{HN} evaluadas. No obstante, en algunas publicaciones se menciona que este resultado está relacionado con la formación de agregados entre las partículas de la biomasa para altas concentraciones de H.N. (Miretzky y col., 2008). Debido a ello este resultado debe ser explorado más a detalle en trabajos futuros.

5.5.4 Modelos de sorción

5.5.4.1 Equilibrio de adsorción

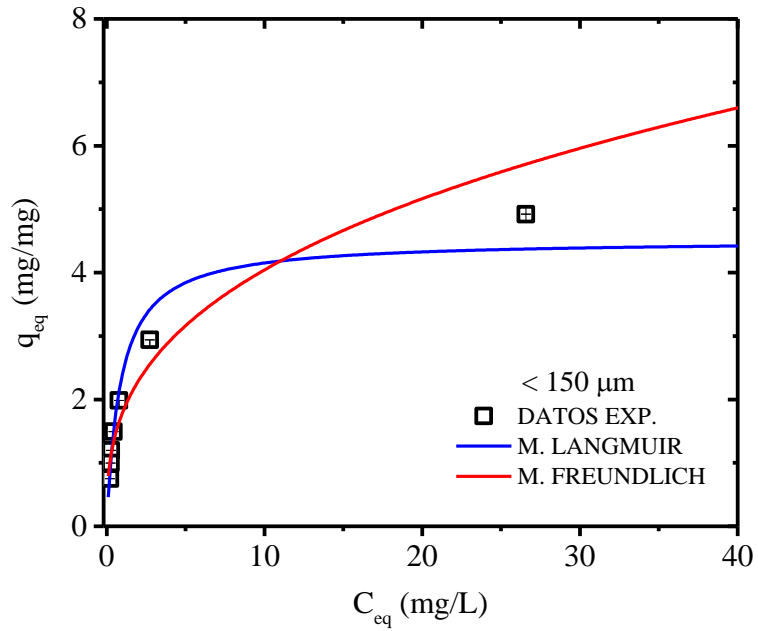
Los resultados de los experimentos de las isothermas de adsorción de Fe(III) mediante H.N., para los tamaños de partícula de $<150\ \mu\text{m}$ y $<50\ \mu\text{m}$, se presentan en la **Figura 20a-b**, respectivamente; las barras que están dentro de los símbolos indican la desviación estándar de al menos 9 repeticiones de las medidas y las líneas continuas representan los ajustes de los datos experimentales de acuerdo a los modelos de Langmuir (línea azul) y de Freundlich (línea roja).

En ambas gráficas de la **Figura 20** se observa un incremento de la capacidad de adsorción en el equilibrio (q_{eq}) como función de la concentración de iones de Fe(III) en el equilibrio (C_{eq}), éstos son los iones remanentes en las muestras de agua sintética después del proceso de remoción; el intervalo de concentración de C_{eq} en los que se observan esos incrementos son de $0.2 - 2.72\ \text{mgL}^{-1}$ y $0.14 - 1.09\ \text{mgL}^{-1}$ para los tamaños de partícula de $<150\ \mu\text{m}$ y $<50\ \mu\text{m}$, respectivamente.

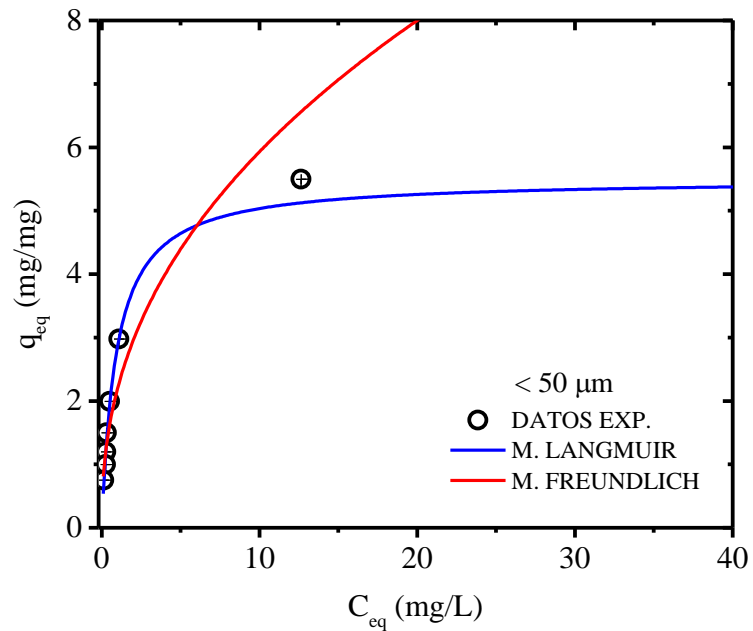
También, en las gráficas se puede ver que los valores de q_{eq} tienden a alcanzar un valor constante o asintótico para las concentraciones más altas de C_{eq} estudiadas en este trabajo.

El comportamiento presentado en las gráficas está relacionado con la disminución gradual del área de superficie de las partículas y al efecto de la saturación de los sitios activos (grupos funcionales y cavidades) de la H.N. durante el proceso de remoción (Barloková y Ilavský, 2010; Nharingo y col., 2015).

Además, los datos que se presentan en la **Figura 20a-b** establecen la capacidad máxima de adsorción de la H.N. utilizada en éste trabajo, así como la efectividad de adsorción en el sistema H.N.–Fe(III) (Fernández y col., 2014; Ghasemi y col., 2014).



a)



b)

Figura 20. Isotermas de adsorción de iones metálicos de Fe(III) mediante H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. (para $C_0 = 150 \text{ mgL}^{-1}$ de Fe(III), $\text{pH} = 4.3$, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ y $t = 60 \text{ min}$).

a) $D = 150 \mu\text{m}$ y b) $D = 50 \mu\text{m}$.

Los datos presentados en las gráficas de la **Figura 20a-b** se ajustaron a los dos modelos matemáticos establecidos para isothermas de adsorción; particularmente para este estudio se usaron los modelos de Langmuir y de Freundlich (ver ecuaciones 2.3a y 2.4b, respectivamente). Debido al patrón de las isothermas tipo “L” y a los parámetros obtenidos del ajuste de los datos experimentales mediante los modelos antes mencionados, se identificó que para ambos casos de *D* de la H.N. usada para la remoción, la H.N. tiene una alta afinidad sobre los iones metálicos de Fe(III) en solución a 4.3 de pH (Limousin y col., 2007).

En algunas investigaciones se ha mencionado que materiales biológicos derivados de la especie *Opuntia ficus-indica* muestran curvas de adsorción similares a las reportadas en el presente trabajo; en dichas publicaciones se ha realizado el estudio y análisis de remoción de iones metálicos de Cd(II) y Pb(II) (Barka y col., 2013a; Nharingo y col., 2015; Onditi y col., 2016), Cu(II) (Prodromou y Pashalidis, 2013) y As, Ba, Cd, Cr, Cu, Pb, Ni y Zn (Wan y col., 2019) utilizando H.N., fibra de H.N. y mucilago de nopal, respectivamente, entre otros estudios.

Por otra parte, en la **Tabla 7** se presentan los valores numéricos de los parámetros obtenidos del ajuste de los datos experimentales para ambos modelos de isothermas de adsorción, así como los coeficientes de correlación (R^2). De acuerdo con los resultados obtenidos para este análisis, los datos experimentales de adsorción para la H.N. con los tamaños de partícula (*D*) <150 μm y <50 μm presentaron un coeficiente de correlación de 0.975 y 0.987, respectivamente para el modelo de Langmuir, mientras que para el modelo de Freundlich fueron de 0.961 y 0.955, respectivamente.

Tabla 7. Parámetros de ajuste de modelos de isoterma de adsorción de Fe(III) a partir de H.N.

Tamaño de partícula (μm)	Langmuir			Freundlich		
	q_{max} (mgmg^{-1})	K_L (Lmg^{-1})	R^2	n	K_F ($\text{L}^{1/n}\text{mg}^{-1/n}$)	R^2
< 150	4.516	1.137	0.976	2.829	1.791	0.961
< 50	5.499	1.082	0.987	2.314	2.193	0.955

Condiciones de estudio para $C_0 = 150 \text{ mgL}^{-1}$ de Fe(III), un $\text{pH} = 4.3$, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ y $t = 60 \text{ min}$.

De acuerdo con los valores de R^2 del ajuste de los datos experimentales ($R^2 \sim 1$, ajuste perfecto) para ambos modelos de sorción, se puede concluir que para ambos tamaños de partícula de H.N. estudiados, el mecanismo de adsorción se describe por ambos modelos, de Langmuir y de Freundlich (Flores y col., 2013), sin embargo, son las constantes de índice de afinidad las que sugieren mayor ajuste al modelos de Freundlich, el cual supone que el secuestro de iones metálicos de Fe(III) por la H.N. se rige fuertemente por mecanismos indistintos de intercambio iónico por fenómeno de multicapa sin interacción entre las moléculas en esta fase, con diferentes sitios activos heterogéneos con igual probabilidad de ser utilizados en la adsorción, sin barrera energética, además de que presentar el fenómeno de la quimiadsorción que se lleva a cabo por las interacciones químicas del material adsorbente para promover el atrapamiento de los iones por efecto de la protonación de grupos funcionales presentes en la H.N. (Schiewer, y Volesky, 1995; Treybal, 1980 ; Selatnia y col., 2004; Rivas y col., 2014; Lavado y col., 2020). De los datos obtenidos del análisis de isoterma de adsorción se toma evidencia la gran efectividad del sistema H.N.—Fe(III) en la separación de iones metálicos de Fe(III) (Flores y col., 2013).

El modelo matemático de Langmuir ha sido sugerido por otros investigadores para describir el comportamiento de adsorción o secuestro de diversos iones metálicos mediante H.N. (Barrera y col., 2006; Barka y col., 2013a; Prodromou y Pashalidis, 2013; Fernández y col., 2014). En dichas investigaciones los autores usaron materiales biológicos derivados de especies *Opuntia* implementados como biosorbentes para la remoción de iones metálicos.

Los parámetros del modelo de Langmuir obtenidos del ajuste de los datos experimentales para ambos tamaños de partícula de H.N., se pueden ver en la **Tabla 7**, q_{max} y K_L son atribuidos a la capacidad de adsorción máxima para completar la saturación del material adsorbente y el coeficiente relacionado con la afinidad entre el material adsorbente y los iones metálicos en solución, respectivamente (Flores y col. 2013). En el presente trabajo los valores de q_{max} fueron de 4.516 y 5.499 mgmg^{-1} para los tamaños de partícula de $<150 \mu\text{m}$ y $<50 \mu\text{m}$, respectivamente; ambos valores son muy próximos a las cantidades experimentales de la capacidad en equilibrio de adsorción de Fe(III) mediante H.N., los cuales fueron de 4.92 y 5.49 mgmg^{-1} , respectivamente. Para el caso K_L los valores fueron 1.137 y 1.082 Lmg^{-1} , los cuales confirman un proceso de adsorción favorable de acuerdo a lo reportado en varias

publicaciones (Nasehi y col., 2012; Flores y col., 2013; Fernández y col., 2014; Ghasemi y col., 2014; Wan y col., 2019).

Por otra parte, la investigación sobre la adsorción de iones metálicos de Fe(III) mediante biosorbentes, se ha realizado en estudios de diversas fuentes biológicas así como de técnicas de electrocoagulación y coagulación-floculación, las cuales han mostrado resultados favorables en eficiencias de adsorción de los iones metálicos (Schiewer y Volesky, 1995; Sağ, y Kutsal, 1996; Selatnia y col., 2004; Razmovski, y Šćiban, 2008; Barloková y Ilavský, 2010; Gad, Attia, y Ahmed, 2010; Madani, Chergui, y Selatnia, 2015; Martínez y col., 2017; Othman y col., 2017; Hassouna y col., 2018; Doggaza y col., 2018; Wan y col., 2019; Hernández y col., 2020).

A pesar de que el elemento hierro representa un factor importante de contaminación y disminución en la calidad del agua de consumo humano (Piña y col., 2003; Barloková y Ilavský, 2010), no es frecuente encontrar en la literatura ensayos de adsorción Fe(III) con respecto a otros metales pesados de alto grado de toxicidad (Pb, As, Ni, Cr, Cd, Cu, entre otros) presentes en efluentes industriales o en cuerpos de aguas naturales contaminadas principalmente por actividades antropogénicas (Mudhoo y col., 2012).

En el presente trabajo se obtuvo evidencia de los altos porcentajes de remoción de Fe(III) (> 99.5%) en aguas sintéticas con un $t = 60$ min mediante H.N. con un $D < 50 \mu\text{m}$ y con una q_{max} de 5.5 mgmg^{-1} de acuerdo a lo obtenido en los ajustes de los datos experimentales (ver **Tabla 7**).

Por otra parte, son pocos los trabajos que han reportado la capacidad que posee la biomasa fúngica, bacteriana y de microalgas en los procesos de adsorción de iones de Fe(III); por ejemplo, Sağ y Kutsal (1996) reportaron la capacidad máxima de adsorción de 34.73 mgg^{-1} para iones metálicos de hierro (III) a partir de biomasa de *Rhizopus arrhizus*, para $\text{pH} = 2$, $t = 1440$ min, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$, $C_o = 125 \text{ mgL}^{-1}$ y concentración de biomasa 1000 mgL^{-1} . Por su parte Selatnia y col., (2004) evidenciaron la capacidad de *Streptomyces rimosus* tratada con NaOH, presentando valores de $q_{max} = 122 \text{ mgg}^{-1}$ para $\text{pH} = 2$, $t = 240$ min, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$, $C_o = 100 \text{ mgL}^{-1}$, concentración de biomasa de 3000 mgL^{-1} y D entre 50 y $160 \mu\text{m}$. En 2008, la capacidad de *Polyporus squamosus* para separar hierro III fue descrita por Razmovski, y Šćiban, quienes encontraron valores de capacidad máxima de adsorción de 31.2 mgg^{-1} para $\text{pH} = 6.5$, $t = 60$

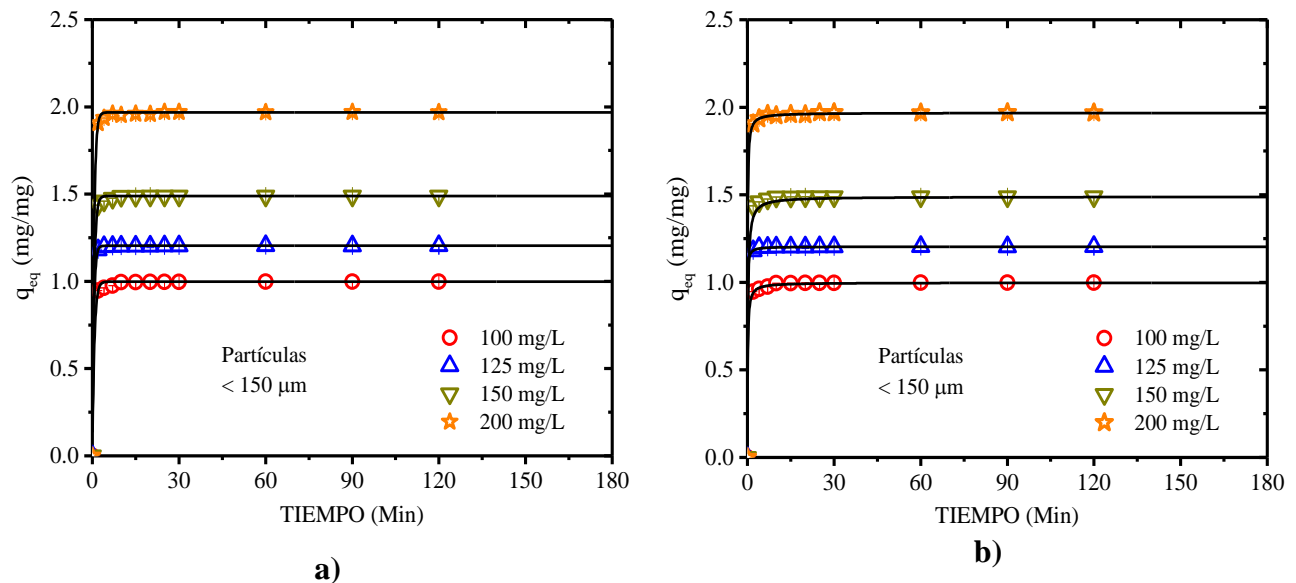
min, $T = 28\text{ }^{\circ}\text{C}$, $C_o = 150\text{ mgL}^{-1}$ y concentración de biomasa de 1500 mgL^{-1} ; mientras que el exopolisacárido “gella” del bacilo gran negativo aerobio *Sphingomonas paucimobilis* presentó valores de $q_{max} = 84.47\text{ mgg}^{-1}$ para $\text{pH} = 6$, $t = 1440\text{ min}$, $T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, $C_o = 15\text{ mgL}^{-1}$ y concentración de biomasa de 1500 mgL^{-1} (Othman y col., 2017). Benaisa, y col (2018) presentaron resultados para $q_{max} = 19.86\text{ mgg}^{-1}$ para $\text{pH} = 2$, $t = 120\text{ min}$, $T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, $C_o = 100\text{ mgL}^{-1}$ y una concentración de biomasa de 5000 mgL^{-1} obtenidos a partir de *Sargassum Vulgare*. Por otro lado, Bouzit, y col., (2020) reportaron los niveles de eficiencia de microalgas vivas de *Scenedesmus obliquus*, en la remoción total de iones metálicos de Fe(III) para $\text{pH} = 3$, $t = 20\text{ min}$, $T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$, $C_o = 50\text{ mgL}^{-1}$ y una concentración de biomasa de 16000 mgL^{-1} .

De acuerdo con lo anterior, se observa que los parámetros fisicoquímicos de operación como el pH (de operación/ajuste o natural del efluente), el tiempo de contacto, la temperatura de operación, el volumen de la muestra, la concentración inicial de Fe(III), la naturaleza del efluente (agua sintética o cuerpo de agua natural), la fuente y tratamiento de obtención del agente de remoción, su concentración de aplicación y el tamaño de partícula, influyen sobre los parámetros de isotermas y cinéticas de adsorción para iones metálicos de Fe(III).

Por lo anterior, la H.N. estudiada en este trabajo muestra que a pesar de obtener un nivel de capacidad máximo de adsorción relativamente bajo con respecto a otros materiales, se logran obtener altos niveles de eficiencia en la adsorción de Fe(III) a los pocos minutos de contacto para aguas sintéticas tratadas con aplicaciones de cantidades menores a 1 g de H.N. por litro de agua sintética, a temperatura ambiente y para concentraciones altas de hierro de 200 mgL^{-1} . Esto se atribuye al hecho de la complejidad de los diversos componentes con sitios activos presentes en la H.N. que a pH de 4.3 mostraron un punto isoeléctrico en aguas sintéticas de Fe(III), con lo cual la eficiencia de intercambio iónico aumentó (Razmovski y Šćiban, 2008). En conclusión, la harina de nopal demostró poseer alta capacidad para la adsorción de iones metálicos de Fe(III).

5.5.5 Modelos cinéticos de adsorción

Para el estudio del mecanismo de reacción durante el proceso de adsorción de Fe(III) mediante H.N., se analizaron los datos experimentales para ajustar a dos modelos cinéticos propuestos para este tipo de estudios a saber; pseudo primer orden o modelo Lagergren y pseudo segundo orden o modelo de Ho y McKay (Ho y McKay, 1999; Flores y col., 2013; Amari y col., 2020). Para ello se realizaron las gráficas de la capacidad de adsorción en el equilibrio (q_{eq}) para cada concentración inicial de hierro ($C_o = 100, 125, 150$ y 200 mgL^{-1}) como función del tiempo de contacto (2, 4, 7, 10, 15, 20, 25, 30, 60, 90 y 120 min). Las curvas de las cinéticas de adsorción, utilizando H.N. con tamaños de partícula de <150 y $<50 \mu\text{m}$ como agente biológico de remoción, se muestran en la **Figura 21a-d**. Las barras que están dentro de los símbolos indican la desviación estar de al menos 9 repeticiones de las medidas y las líneas continuas indican el ajuste del modelo matemático usado para cada caso.



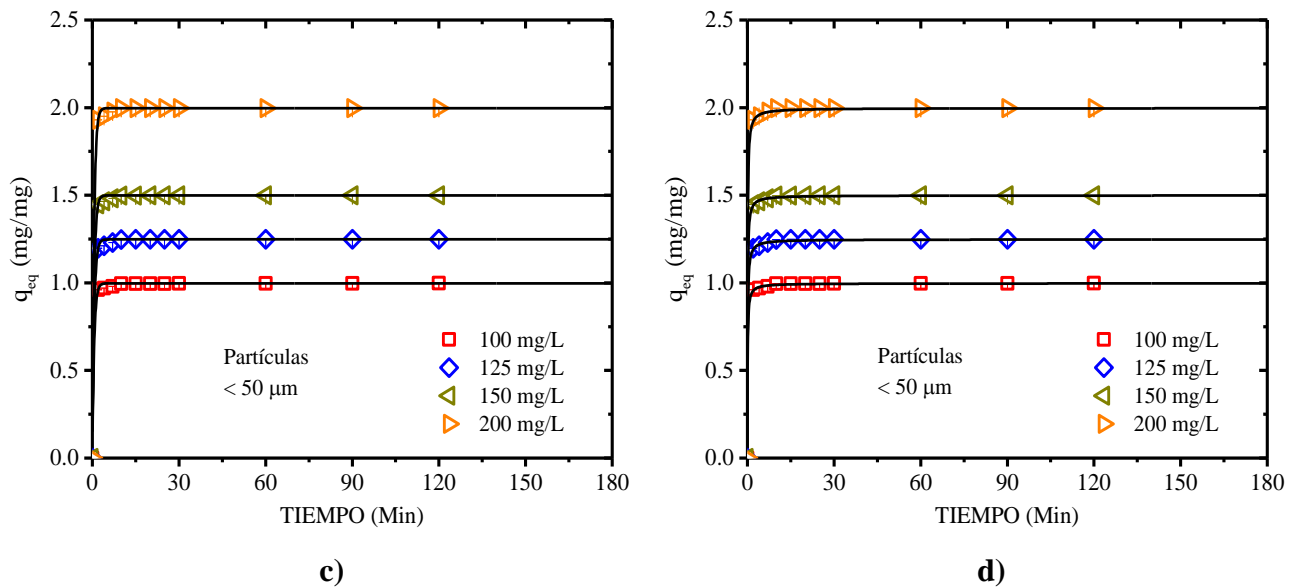


Figura 21. Modelos cinéticos de adsorción de iones metálicos de Fe(III) mediante H.N. *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. para $C_0 = 100, 150, 150$ y 200 mgL^{-1} de Fe(III), $\text{pH} = 4.3$, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ y diferentes tiempos de contacto. **a)** y **b)** Modelos de pseudo primer orden y pseudo segundo orden, respectivamente. Para $D < 150 \text{ } \mu\text{m}$ **c)** y **d)** Modelos de pseudo primer orden y pseudo segundo orden, respectivamente. Para $D < 50 \text{ } \mu\text{m}$

En las gráficas de la **Figura 21** se puede observar que el proceso de adsorción de iones de Fe(III) fue rápido y se alcanzó el equilibrio a los 30 min con una eficiencia mayor al 90% para todas las concentraciones de hierro estudiadas y para los dos tamaños de partícula de la H.N.; estos resultados son consistentes con lo reportado por otros autores quienes usaron H.N. o derivados de nopal como material adsorbente de diferentes iones metálicos como Cd(II) y Pb(II) entre otros (Miretzky y col., 2008; Barka y col., 2013a; Fernández y col., 2014).

Por otra parte, para analizar la rapidez de adsorción de los iones de Fe(III) mediante la H.N. se propusieron los modelos cinéticos antes mencionados; los resultados de los parámetros de ajuste y los coeficientes de correlación (R^2) para cada una de las concentraciones de Fe(III) y tamaños de partícula de H.N. usadas se obtuvieron a partir de regresiones no lineales y se presentan en la **Tabla 8**. En ésta se puede ver que para todos los casos estudiados se obtuvieron buenos ajustes de los datos experimentales a los modelos

(valores de R^2 entre 0.997 y 0.999), no obstante los valores del coeficiente de correlación correspondiente al modelo pseudo segundo orden muestra valores más cercanos a la unidad ($R^2 \sim 1$), lo que indica que el proceso de adsorción de Fe(III) mediante la harina de nopal sigue el proceso establecido por dicho modelo, el cual indica que la ocupación de los sitios de adsorción es proporcional al cuadrado del número de sitios no ocupados y el número de sitios ocupados es proporcional a la fracción de iones metálicos adsorbidos (Miretzky y col., 2008; Barka y col., 2013a; Fernández y col., 2014).

Tabla 8. Parámetros de ajuste de modelos de cinéticas de adsorción de Fe(III) a partir de H.N.

Tamaño de partícula (μm)	C_0 (mgL^{-1})	$q_{eq\ exp}$ (mgmg^{-1})	Pseudo-primer-orden			Pseudo-segundo-orden		
			$q_{eq\ cal}$ (mgmg^{-1})	k_1 (min^{-1})	R^2	$q_{eq\ cal}$ (mgmg^{-1})	k_2 ($\text{mgmg}^{-1}\text{min}^{-1}$)	R^2
150	100	0.998	0.997	1.4532	0.9982	0.995	8.1199	0.9997
	125	1.204	1.203	1.9540	0.9999	1.203	22.1898	0.9999
	150	1.489	1.488	1.6590	0.9995	1.484	8.5487	0.9999
	200	1.968	1.966	1.7054	0.9996	1.965	7.4266	0.9999
50	100	0.997	0.997	1.6341	0.9970	0.995	11.4459	0.9998
	125	1.248	1.247	1.5806	0.9989	1.246	8.3163	0.9998
	150	1.499	1.498	1.6683	0.9993	1.497	8.3765	0.9999
	200	1.997	1.996	1.6744	0.9993	1.994	6.3091	0.9998

Condiciones de estudio para $C_0 = 100, 150, 150$ y $200\ \text{mgL}^{-1}$ de Fe(III), un $\text{pH} = 4.3$, $T = 25\ ^\circ\text{C}$ y tiempo de contacto de 2, 4, 7, 10, 15, 20, 25, 30, 60, 90 y 120 min. exp= experimental; cal = calculada.

De acuerdo con los resultados obtenidos para el análisis de las cinéticas de adsorción, las magnitudes de los valores de la capacidad de adsorción en el equilibrio calculada ($q_{eq\ cal}$) desde el modelo pseudo segundo orden están muy cercanos a los valores de la capacidad de adsorción en el equilibrio experimentales ($q_{eq\ exp}$); este resultado sustenta que el modelo

cinético de adsorción pseudo segundo orden describe adecuadamente el proceso cinético de adsorción de iones de Fe(III) mediante H.N. para las diferentes concentraciones iniciales de iones de hierro y los diferentes tamaños de partícula de H.N. aquí estudiados. Por lo anterior se puede sugerir que la adsorción de iones de Fe(III) a partir de H.N. es debido a un proceso de quimiasorción, en el cual se involucra un balance de fuerzas a través de intercambio electrónico entre los iones de Fe(III) y los grupos funcionales de la H.N. (Miretzky y col., 2008; Barka y col., 2013a; Flores y col., 2013; Fernández y col., 2014). Este resultado es consistente a lo reportado por Barka y col., (2013a) quienes estudiaron el proceso de adsorción de Cd(II) y Pb(II) mediante H.N.; estos autores obtuvieron coeficientes de correlación de 0.994 y 0.995 de los ajustes de las cinéticas de adsorción de los metales antes mencionados, respectivamente.

Con respecto a los modelos matemáticos establecidos para predecir el proceso de adsorción de iones metálicos mediante materiales adsorbentes se ha establecido que éstos asumen que todos los sitios de adsorción de los materiales adsorbentes son homogéneos, es decir no consideran la heterogeneidad por naturaleza de materiales bioadsorbentes, como es el caso de la H.N. (Ho y McKay, 1998; Miretzky y col., 2008). Debido a ello, se han establecido tres etapas durante los procesos de adsorción de iones metálicos en solución a partir de materiales sólidos porosos, éstas se describen a continuación: 1) Efecto de transferencia de masa (difusión de capas presentes en las fronteras del material), 2) adsorción por los sitios activos (sitios de adsorción) y 3) difusión de intrapartículas (Ho y McKay 1998). La determinación de estas tres etapas presentes durante el proceso de adsorción están fuera del alcance del presente trabajo.

6 CONCLUSIONES

El método de secado solar no afectó los componentes fitoquímicos como el porcentaje de humedad, cenizas, grasas, proteínas y carbohidratos totales, de acuerdo con la composición general de la H.N. de *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill de la variedad de “Milpa alta”.

Las partículas de H.N. mostraron superficies porosas, complejas e irregulares, además, muestran incrementos de tamaño de partícula por efecto de la electrostática.

Los grupos funcionales de la H.N., como hidroxilos, ácidos carboxílicos, aminos, fosfatos y de polisacáridos (OH, COO-, N-H, P=O y C–O–C, respectivamente), son los principales responsables del secuestro de iones metálicos de Fe(III).

Porcentajes máximos de remoción de iones metálicos de Fe(III) en aguas sintéticas a 150 mgL⁻¹ de hierro, se determinaron a pH de 4.3, a un tiempo de contacto de 60 min y a temperatura ambiente (25 °C) para una concentración de aplicación de H.N. a 100 mgL⁻¹ en sistemas H.N.–Fe(III).

El efecto del tamaño de partícula de la H.N. solo fue significativo a tiempos de contacto menores a 10 min.

La H.N. de *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. tiene una alta capacidad de bioadsorber Fe(III) en aguas sintéticas, obteniendo porcentajes de remoción >99%, con grandes niveles de eficiencia, casi directamente proporcional a su concentración de aplicación.

Fenómenos de multicapa y mecanismos de quimisorción se asociaron al efecto de bioadsorción de Fe(III) en sistemas H.N.–Fe(III), debido a la complejidad y gran cantidad altamente biodisponible de los sitios activos de intercambio iónico.

7 BIBLIOGRAFÍA

- Adams, P. (1995). Determinación del contenido de hierro en los alimentos mediante espectrofotometría. *Revista de educación química*, 72(7): 649.
- Amaringo, F. y Anaguano, A. (2013). Determinación del punto de carga cero y punto isoeléctrico de dos residuos agrícolas y su aplicación en la remoción de colorantes. *Revista De Investigación Agraria y Ambiental*, 4(2): 27-36.
- AOAC. (2012). Official Methods of analysis of association of the official analytical chemists. (ed. 19 th). Washington DC: Gaithersburg, Md.
- Barbera, M. y Gurnari, G., (2018). Quality Standards for Recycled Water: *Opuntia ficus indica* as Sorbent Material. En *Wastewater Treatment and Reuse in the Food Industry, Chemistry of Foods*. (1a ed., Editorial Springer p. 29 – 47). Palermo, Italy.
- Barka, N., Abdennouri, M., El Makhfouk, M., y Qourzal, S. (2013^a). Biosorption characteristics of cadmium and lead onto eco-friendly dried cactus (*Opuntia ficus-indica*) cladodes. *Journal of environmental chemical engineering*. 1(3):144–149.
- Barka, N., Ouzaouit, K., Abdennouri, M., y El Makhfouk, M. (2013^b). Dried prickly pear cactus (*Opuntia ficus-indica*) cladodes as a low-cost and eco-friendly biosorbent for dyes removal from aqueous solutions. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 40(1): 52-60.
- Barloková, D. y Ilavský, J. (2010). Removal of Iron and Manganese from Water Using Filtration by Natural Materials. *Polish J. of Environ.* 19(6): 1117-1122.
- Barrera, H., Ureña, F., Bilyeu, B. y Barrera, C. (2006). Removal of chromium and toxic ions present in mine drainage by Ectodermis of *Opuntia*. *Journal of Hazardous Materials*, 136: 846–853.
- Bayar, N., Kriaa, M. y Kammoun, R. (2016). Extraction and characterization of three polysaccharides extracted from *Opuntia ficus indica* cladodes. *International Journal of Biological Macromolecules*, 92(2016): 441-450.
- Ben Rebah, F. y Siddeeg, S. (2017). Cactus an eco-friendly material for wastewater treatment: A review. *Journal of Materials and Environmental Sciences*, 8(5):1770–1782.

- Betancur, B., Jiménez, D. y Linares, B. (2012). Potencial zeta (ζ) como criterio de optimización de dosificación de coagulante en planta de tratamiento de agua potable. *Dyna*, 79(175): 166-172.
- Bouaouine Z., Bourven, I., Khalil, F. y Baudu, M. (2018). Identification of functional groups of *Opuntia ficus indica* involved in coagulation process after its active part extraction. *Environmental Science and Pollution Research*. 25(41):11111–11119.
- Bouatay, F. y Mhenni, F. (2014). Use of the Cactus Cladodes Mucilage (*Opuntia ficus indica*) As an Eco-Friendly Flocculants: Process Development and Optimization using Stastical Analysis. *Int. J. Environ. Res.* 8(4):1295-1308.
- Bravo, H. (1978). *Las Cactáceas de México*. CDMX (2a. ed.). México: Universidad Nacional Autónoma de México.
- Castillo, S., Estrada, L., Margalef1, M. y Tóffoli, S. (2013). Obtención de harina de nopal y formulación de alfajores de alto contenido en fibra. *Composición de alimentos*, 31(142): 20-26.
- Chinedu, N., Benjamin, A., and Peter, A. (2017). Chemical Composition and Physicochemical Analysis of Matured Stems of *Opuntia dillenii* Grown in Nigeria. *Food Science and Technology*, 5(5): 106-112.
- Comisión nacional de los derechos humanos. (2012). Pacto Internacional de Derechos Económicos, Sociales y Culturales, y su Protocolo Facultativo. Ciudad de México, México. EDUC/CART/004, disponible en www.cndh.org.mx.
- Comisión Nacional del Agua (CONAGUA). (2018). Estadísticas del agua en México. México, D.F.: Coordinación General de Comunicación y Cultura del Agua de la Comisión Nacional del Agua.
- Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos. (5 de febrero de 1917). Diario Oficial de la Federación, Ciudad de México, México el 8 de febrero de 2012.
- Contreras, K., Mendoza, Y., Salcedo, J., Olivero, R. y Mendoza, G. (2015). El Nopal (*Opuntia ficus-indica*) como coagulante natural complementario en la clarificación de agua. *Producción + Limpia*, 10(1): 40-50.
- Contreras, M., Pérez, E., Hernández, M., Hernández, G, Del Real, A., Rivera, E. y Rodríguez, M. (2011). Evaluation of oxalates and calcium in nopal pads (*Opuntia ficus*

- indica* var. redonda) at different maturity stages. *Journal of Food Composition and Analysis*. 24(1): 38-43.
- Contreras, M., Rivera, E., Gutiérrez, E., Del López, A. R., y Rodríguez, M. (2015). Characterization of crystalline structures in *Opuntia ficus-indica*. *Journal of Biological Physics*, 41(1): 99-112.
- Contreras, M., Rodríguez, M., Gutiérrez, E., Valderrama, M., Rojas, I., Rivera, E. (2016). Physicochemical and rheological characterization of *Opuntia-ficus* mucilage at three different maturity stages of cladode. *European Polymer Journal*, 78:226–234.
- Corrales, V., Parra, B. y Burgos, L. (2016). Proteínas relacionadas con el metabolismo del hierro corporal. Perspectiva en nutrición humana. 18(1):95-116.
- Deshmukh S. y Hedao M. (2018). Wastewater Treatment using Bio-Coagulant as Cactus *Opuntia ficus-indica* - A Review. *International Journal for Scientific Research & Development*. 6(10): 2321-0613.
- Deshmukh S. y Hedao M. (2019). *Wastewater Treatment Using Bio-Coagulant as Cactus Opuntia Ficus-Indica*. 2nd International Conference on New Frontiers in Chemical, Energy and Environmental Engineering (INCEEE). NIT Warangal, India.
- Doggaza, A., Attourb, A., Mostefaa, M., Tlilid, M. y Lopicquea, F. (2018). Iron removal from waters by electrocoagulation: Investigations of the various physicochemical phenomena involved. *Separation and Purification Technology*, 203(2018): 217–225.
- Dovbeshko, G., Chegel, V., Gridina, N., Repnytska, O., Shirshov, Y., Tryndiak, V., Todor, I., y Solyanik, G. (2002). Surface enhanced IR absorption of nucleic acids from tumor cells: FTIR reflectance study. *Biopolymer (Biospectroscopy)*, 67: 470–486.
- Fabian, H., Jackson, M., Murphy, L., Watson, P., Fichtner, I., y Mantsch, H. (1995). A comparative infrared spectroscopic study of human breast tumors and breast tumor cell xenografts. *Biospectroscopy*, 1(1): 37-45.
- FAO (2006). Utilización agroindustrial de nopal. Organización de las naciones unidas para la agricultura y la alimentación, (1st ed.). Roma.
- FAO (2018). Ecología del cultivo, manejo y usos del nopal. (R. Duffy, Ed.) (1st ed.). Roma.
- Fernández, J., Angosto, J. y Avilés, M. (2014). Biosorption of Hexavalent Chromium from Aqueous Medium with *Opuntia* Biomass.

- Flores, J., Morales, L., Pineda, G. y Cristiani, E., (2013). Biosorption of Ni(II) from aqueous solutions by *Litchi chinensis* seeds. *Biore source Technology*, 136(2013): 635-643.
- Forrellat, M. (2007). Taller Internacional “El hierro y la salud humana”. *Revista Cubana de Hematología, Inmunología y Hemoterapia*, 23(2).
- Forrellat, M. (2016). Regulación del metabolismo del hierro: dos sistemas, un mismo objetivo. *Revista Cubana de Hematología, Inmunol y Hemoter.* 32(1): 4-14
- Fox, D., Pichler T., Yeh, D. y Alcantar A. (2012). Removing Heavy Metals in Water: The Interaction of Cactus Mucilage and Arsenate (As (V)). *Environmental Science & Technology*, 46(2012): 4553–4559.
- Gad, A., Attia, M. y Ahmed, H. (2010). Heavy Metals Bio-Remediation by Immobilized *Saccharomyce cervisiae* and *Opuntia ficus indica*. *Journal of American Science*, 6(8): 79-87.
- Ghasemi M., Naushad M., Ghasemi N., Khosravi Y. (2014). A novel agricultural waste based adsorbent for the removal of Pb(II) from aqueous solution: Kinetics, equilibrium and thermodynamic studies. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 20(2014): 454-461.
- González, E. (2019). *Efecto de la composición química de mucilagos en la remoción de metales pesados de aguas contaminadas*. (Tesis de maestría). CEPROBI-IPN, Morelos, México.
- Gopi, D., Kanimozhi, K. y Kavitha, L. (2015). *Opuntia ficus-indica* peel derived pectinmediated hydroxyapatite nanoparticles: synthesis spectral characterization, biological and antimicrobial activities, Spectrochim. Acta Part A: Mol. Biomol.Spectrosc, 141(2015): 135-143.
- Goycoolea, F. M., y Cárdenas, A. (2003). Pectins from *Opuntia spp.*: A Short Review. *Journal of the Professional Association for Cactus Development*, 17-29.
- Goycoolea, F. y Cardenas, A. (2003). Pectins from *Opuntia spp.*: A short review. *Journal of the Professional Association for Cactus Development*, 5(2003); 17-29.
- Gutiérrez, D., y Guardado, J. (2010). Formas de expresar la composición química en el SI. *Educación Química*, 21(1): 47–52.

- Guzmán D., y Chávez, J. (2007). Estudio bromatológico del cladodio del nopal (*Opuntia ficus-indica*) para el consumo humano. *Revista de la Sociedad Química del Perú*, 73(1):41-45.
- Guzmán U., Arias S. y Dávila P. (2003) *Catálogo de cetáceas mexicanas*. CDMX, México: Universidad Nacional Autónoma de México/Comisión Nacional para el conocimiento y uso de la biodiversidad.
- GWP (Asociación mundial para el agua). (2013). Tecnologías para el uso sostenible del agua: una contribución a la seguridad alimentaria y la adaptación al cambio climático. Capítulo Centroamérica Organización de las naciones unidas para la alimentación y la agricultura Tegucigalpa, Honduras. Recuperado de: www.gwpcentroamerica.org
- Hassouna, M., Marzouk, M., Elbably, M. y Maghrabi, A. (2018). Biosorption of iron by amended *Aspergillus versicolor* from polluted water sources. *Biometrics & Biostatistics International Journal*, 7(6): 502–513.
- Hem, J. y Cropper, W. (1962). Survey of Ferrous-Ferric chemical equilibria and redox potential. *Geological Survey Water-Supply Paper*, 1459-A.
- Hernández, A., Vásquez, O., Roldan, F., Lobo, J. y Pineda, G. (2020). Desempeño de reactores empacados con marlo de maíz (*Zea mays*) en la remoción de hierro contenido en drenajes ácidos de mina. *CIENCIA EN DESARROLLO*, 11(2): 187-205.
- Hernández, M., Pérez, E., y Rodríguez, M. (2011). Chemical analysis of nutritional content of prickly pads (*Opuntia ficus-indica*) at varied ages in an organic harvest. *International journal of environmental research and public health*, 8(5): 1287–1295.
- Ho, YS y Mckay, G. (1998). Modelos cinéticos para la absorción de tinte de solución acuosa por madera. *Seguridad de procesos y protección ambiental*, 76(2): 183-191.
- Hunter, R. (1981). Applications of the Zeta Potential. En Hunter, R. (Ed.) *Zeta Potential in Colloid Science* (pp. 219-257). New South Wales, Australia: Academic Press.
- Instituto Internacional de Ciencias de la Vida (ILSI). (2002). Compuestos de hierro para la fortificación de alimentos: Guías para América Latina y el Caribe. Washington, D.C. Recuperado de: www.paho.org.

- Ishurd, O., Zgheel, F., Elghazoun, M., Elmabruk, M., Kermagi, A., Kennedy, J. y Knill, C. (2010). A novel (1→4)- α -d-glucan isolated from the fruits of *Opuntia ficus-indica* (L.) Miller. *Carbohydrate Polymers*, 82(3): 848-853.
- Kalegowda, P., Singh, A. y Nanjaraj, S. (2017). *Opuntia dillenii* (Ker-Gawl) Haw cladode mucilage: Physico-chemical, rheological and functional behavior. *Carbohydrate Polymers*, 157(2017): 1057-1064.
- Karanja, A., Fengting, L. y Ng'ang'a, W. (2017). Use of cactus *Opuntia* as a natural coagulant: water treatment in developing countries. *International Journal of Advanced Research*, 5(3): 884–894.
- Karmakar, S. (2019). Particle Size Distribution and Zeta Potential Based on Dynamic Light Scattering: Techniques to Characterise Stability and Surface distribution of Charged Colloids. En *Recent Trends in Materials Physics and Chemistry*, (117–159). Studium Press(India) Pvt Ltd.
- Kiesling, R. (1998). Origen, domesticación, y distribución de *Opuntia ficus-indica*. *Journal of the Professional Association for Cactus Development*, 3(1998): I-IX.
- Kyzas, G. y Kostoglou, M. (2014). Green Adsorbents for Wastewaters: A Critical Review. *Materials*, 7(2014): 333-364.
- Lavado, C., Sun, M., Castro, T. y Bonilla, H. (2020). Biosorción de plomo (II) en solución acuosa con biomasa de los cladodios de la tuna (*Opuntia ficus indica*). *Revista Colombiana de Química*, 49(3): 36-46.
- Lemos, F., Albericio, A., Alcantara, R., Cordeiro, D., Rodrigues, A. y Soares, D. (2017). Chemical and Nutritional Variability of Cactus Pear Cladodes, Genera *Opuntia* and *Nopalea*. *American Journal of Food Technology*, 12: 25-34.
- León, F. (2010). *Secado por aspersion de mucílago de nopal (Opuntia ficus indica) y su efecto en las propiedades reológicas de los polvos reconstituidos*. (Tesis de maestría). CEPROBI-IPN, Morelos, México. CIIDIR-IPN. Oaxaca, México.
- Limousin, G., Gaudet, J., Charlet, L., Szenknect, S., Barthès, V., Krimissa, M. (2007). Sorption isotherms: A review on physical bases, modeling and measurement. *Applied Geochemistry*, 22(2007): 249-275.

- Lindsay, W. y Schwab, A. (1982). La química del hierro en los suelos y su disponibilidad para las plantas. *Journal of Plant Nutrition*, 5 (4-7): 821-840.
- López, E. y Maldonado, S. (2017). Determinación de la factibilidad del uso de *Opuntia ficus-indica* como material biosorbente para la retención de cromo hexavalente (Cr^{6+}). *Revista de Energía Química y Física*, 4(13): 1-11.
- López, E., Oropeza, M., Jurado, J., y Ochoa, A. (2014). Coagulation–flocculation mechanisms in wastewater treatment plants through zeta potential measurements. *Journal of Hazardous Materials*, 279(2014): 1–10.
- López, J., Sánchez, D., Campas, O. y Bueno, C. (2011). Functional properties and proximate composition of cactus pear cladodes flours. *Food Science and Technology*, 31(3): 654-659.
- Lorenzo, Y. (2006). Estado del arte del tratamiento de aguas por coagulación-floculación. *Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar*, 40(2): 10-17.
- Louati, I., Fersi, M., Hadrich, B. y Mechichi, T. (2018). Prickly pear cactus cladodes powder of *Opuntia ficus indica* as a cost effective biosorbent for dyes removal from aqueous solutions. *3 Biotech*, 8(478): 1-10.
- Loubet, A. (2008). Biodisponibilidad de calcio presente en harina de nopal (*Opuntia ficus-indica*) en función a su estado de maduración. (Tesis de pregrado). Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Hidalgo, México.
- Madani, A., Chergui, A. y Selatnia, A. (2015). Biosorption of Fe^{+3} and Mn^{+2} ions from aqueous solution by a *Pleurotus mutilus* fungal biomass. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(7): 19-26.
- Madera, T., Vargas, L., Núñez, C., González, G., Peña, V., Núñez, J., Gallegos, C. y Rodríguez, J. (2018). Mucilage from cladodes of *Opuntia spinulifera* Salm-Dyck: chemical, morphological, structural and thermal characterization. *Journal of Food*, 16(1): 650-657.
- Majure, L., Puente, R., Griffith, M., Judd, J., Soltis, P. y Soltis, D. (2012). Phylogeny of *Opuntia s.s.* (cactaceae): clade delineation, Geographic origins, and reticulate evolution. *American Journal of Botany*, 99(5): 847–864.

- Maki, G., Peña, C., García, R., Arévalo, M., Calderón, G., y Anaya, S. (2015). Características físicas y químicas de nopal verdura (*Opuntia ficus-indica*) para exportación y consumo nacional. *Agrociencia*, 49(1): 31-51.
- Mannai, F., Ammar, M., Garrido, J., Elaloui, E., y Moussaoui, Y. (2016). Cellulose fiber from tunisian barbary fig “*Opuntia ficus-indica* for papermaking. *Cellulose*, 23(3): 2061-2072.
- Martínez, R., Certucha, M., Zavala, P., Gómez, A. y Almazán, L. (2017). Remoción de hierro y manganeso de un efluente contaminado utilizando una resina quelante. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, 33(5): 55-63.
- Mata, M. (2013). *La ciencia en la vida diaria*. Monterrey, México: Universidad Autónoma De Nuevo León.
- McFarlane, W. (1932). La determinación de hierro en sustancias orgánicas. *Biochemical Journal*, 26 (4): 1034-1049.
- Méndez, L., Flores, F., Martín, J., Rodríguez, E. y Romero, C. (2015). Physicochemical characterization of cactus pads from *Opuntia dillenii* and *Opuntia ficus-indica*. *Food Chemistry*, 188(2015): 393–398.
- Metcalf y Eddy (1995). *Ingeniería de aguas residuales tratamiento, vertido y reutilización*. McGraw-Hill, Inc. Madrid, España.
- Michalak, I., Chojnacka, K. y Witek, A. (2013). “State of the Art for the Biosorption Process—a Review.” *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 170(6): 1389–1416.
- Miller, S., Fugate, E., Craver, V., Smith, J., y Zimmerman, J. (2008). Toward understanding the efficacy and mechanism of *Opuntia spp.* as a natural coagulant for potential application in water treatment. *Environmental Science & Technology*, 42(12): 4274-4279.
- Miretzky, P., Muñoz, C. y Carrillo, A. (2008). Experimental binding of lead to a low cost on biosorbent: nopal (*Opuntia streptacantha*). *Bioresource Technology*, 99(5): 1211– 1217.
- Mizi, F., Dasong, D. y Biao, H. (2012). Fourier transform infrared spectroscopy for natural fibres. En Salih, S. (Ed.), *Fourier Transform: Materials Analysis* (pp. 45–68), Rijeka, Croatia: Intechopen.

- Mostafa, K., Kharrassi, E., Badreddine, A., Andreoletti, P., Vamecq, J., Kebbaj, M., y Cherkaoui, M. (2014). Nopal cactus (*Opuntia ficus-indica*) as a source of bioactive compounds for nutrition, health and disease. *Molecules*, 19(9): 14879-14901.
- Movasaghi, Z., Rehman, S. y Rehman, I. (2008). Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy of Biological Tissues. *Applied Spectroscopy Reviews*, 43(2): 134-179.
- Mudhoo, A., Kumar, V. y Wang, S. (2012). Metales pesados: toxicidad y eliminación por biosorción. En Lichtfouse, E., Schwarzbauer, J. y Didier, R. (Eds.), *Química ambiental para un mundo sostenible*, (pp. 379-442), Springer Países Bajos.
- Nabil, B., Ouaabou, R., Ouhammou, M. Bouchra. Saadouni, L. y Mahrouz, M. (2019). Impact of particle size on functional, physicochemical properties and antioxidant activity of cladode powder (*Opuntia ficus-indica*). *J Food Sci Technol*, 57: 943–954.
- Nandini, M. y Sheba, C. (2016). Emanating trends in the usage of bio-coagulants in potable water treatment: a review. *International Research Journal of Engineering and Technology*, 11(3): 970-974.
- Nharingo, T. y Moyo M. (2016). Application of *Opuntia ficus indica* in bioremediation of wastewaters. A critical review. *Journal of Environmental Management*, 166(2016): 55-72.
- Nharingo, T., Zivurawa, M.T. y Guyo, U. (2015). Exploring the use of cactus *Opuntia ficus-indica* in the biocoagulation–flocculation of Pb (II) ions from wastewaters. *International journal of Environmental Science and Technology*, 12 (12): 3791–3802.
- Niedzielski, P., Zielinska-Dawidziak, M., Kozak, L., Kowalewski, P., Szlachetka, B., Zalicka, S., & Wachowiak, W. (2014). Determination of Iron Species in Samples of Iron-Fortified Food. *Food Analytical Methods*, 7(10): 2023-2032.
- Nyasulu, F. y Barlag, R. (2011). Determinación colorimétrica de la constante de equilibrio de la reacción de hierro (III) -tiocianato con soluciones de calibración y equilibrio preparadas en una cubeta mediante adiciones secuenciales de un reactivo al otro. *Revista de educación química*, 88 (3): 313–314.
- Okolo, B., Nnaji, P., Oke, E., Adekunle, K., Ume, C. y Onukwuli, O. (2018). Optimizing bio-coagulants for brewery wastewater treatment using response surface methodology. *Nigerian Journal of Technol*, 36(4): 1104 -1113.

- Olivares, A., Toxqui, S., Y Padilla, A. (2012). Nopal Cactus (*Opuntia Ficus Indica*) as a Holographic Material. *Materials*, 5(11): 2383–2402.
- Olivero V., R. E., Mercado M. I. D. y Montes G., L. E. (2013). Absorción de la turbidez del agua del río Magdalena usando el mucílago. *Producción + Limpia*, 8(1): 19–27.
- Onditi, M., Adelodun, A., Changamu, E., Ngila, J. (2016). Removal of Pb²⁺ and Cd²⁺ from drinking water using polysaccharide extract isolated from cactus pads (*Opuntia ficus indica*). *Journal of applied polymer science*, 43913(2016): 1-9.
- ONU-Agua (2005). El agua, fuente de vida 2005-2015. Departamento de Asuntos Económicos y Sociales de las Naciones Unidas División de Desarrollo Sostenible. Recuperado de www.un.org/waterforlifedecade.
- Osuna, Martínez U., Reyes, Esparza J., y Rodríguez, Fragoso, L. (2014) Cactus (*Opuntia ficus indica*): A Review on its Antioxidants Properties and Potential Pharmacological Use in Chronic Diseases. *Nat Prod Chem Res*, 2(6): 1-8.
- Othman, S., El-Saadany, S., Labieb, S. y Hefnawy, T. (2017). Biosorption of Ag⁺, Cu²⁺ and Fe³⁺ by *Gellan gum*. *Zagazig J. Agric. Res.*, 44(5): 1809-1817.
- Palomares, M., Rodríguez, E., Ortega, L., Santillán, M., Valdovinos, G., y Ramírez, S. (2016). El Cacarizo del nopal en *Opuntia ficus-indica* (L.) Miller, Milpa Alta, Ciudad de México. *Agrociencia*, 50(7): 877-887.
- Pérez, L., Tejera, F., Darias J., Rodríguez, E. y Díaz C. (2015). Physicochemical characterization of cactus pads from *Opuntia dillenii* and *Opuntia ficus-indica*. *Food Chemistry*, 188(2015): 393–398.
- Petit, T. y Puskar, L. (2018). FTIR spectroscopy of nanodiamonds: Methods and interpretation. *Diamond & Related Materials*, 89(2018): 52–66.
- Piña, S., M., Rivera, M. y Ramírez, A. (2003). Absorción de hierro y manganeso en fuentes de agua subterránea para abastecimiento público, Capítulo 4. En. Díaz, C., Fall, C., Quentin, E., Jiménez, M., Esteller, A., Garrido, López, C. y García. (Ed.), Agua potable para comunidades rurales, reúso y tratamientos avanzados de aguas residuales domésticas. (pp. 37-54), Toluca, estado de México. RIPDA-CYTED Red Iberoamericana de Potabilización y Depuración del Agua, Facultad de Ingeniería de la Universidad Autónoma del Estado de México (CIRA-UAEM).

- Prodromou, M. y Pashalidis, I. (2013). Copper(II) removal from aqueous solutions by adsorption on non-treated and chemically modified cactus fibres. *Water science and technology. Journal of the International Association on Water Pollution Research*, 68(11): 2497-2504.
- Rajib, B., Larif, M., Mehdi, C., Taky, M., Elmidaoui, A. y Chaouch, A. (2018). Treatment of olive oil mill wastewaters by a bio flocculent extracted from the cactus powder solution (*Opuntia ficus-indica*). *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 9(5): 11-22.
- Ramírez, H., Reyes J., Pinos, Juan y Aguirre, J. (2007). Efecto de la especie y madurez sobre el contenido de nutrientes de cladodios de nopal. *Agrociencia*, 41:619–626.
- Razmovski, R. y Šćiban, M. (2008). Iron(III) biosorption by *Polyporus squamosus*. *African Journal of Biotechnology*, 7(11): 1693-1699.
- Reyes, J., Aguirre, J., y Hernández, H. (2005). Systematic notes and a detailed description of *Opuntia ficus-indica* (L) Mill. (CACTACEAE). *Agrociencia*, 39(4): 395-408.
- Ribeiro, E., Silva, N., Lima F., Brito, J., Zoe de, J. y Silva, M. (2010). Study of carbohydrates present in the cladodes of *Opuntia ficus-indica* (fodder palm), according to age and season. *Food Science and Technology*, 30(4): 933-939.
- Rivas, C., Núñez, O., Longoria, F. y González, L. (2014). Isoterma de langmuir y freundlich como modelos para la adsorción de componentes de ácido nucleico sobre WO₃. *SABLE. Revista Multidisciplinaria del Consejo de Investigación de la Universidad de Oriente*, 26(1): 43-49.
- Rodríguez M., de Lira, C., Hernández, E., Cornejo M., Palacios, A., Rojas, I., Reynoso, R., Quintero, Del-Real, L., Zepeda, T. y Muñoz, C. (2007). Physicochemical Characterization of Nopal Pads (*Opuntia ficus-indica*) and Dry Vacuum Nopal Powders as a Function of the Maturation. *Plant foods for human nutrition*, 62(2007): 107-112.
- Sağ, Y. y Kutsal, T. (1996). Biosorción totalmente competitiva de iones de cromo (VI) y hierro (III) a partir de mezclas de metales binarios por *R. arrhizus*: Uso del modelo de langmuir competitivo. *Process Biochemistry*, 31(6); 573–585.
- Sandoval, F., López, J. y Gracia, J. (2015). Ecuación de Langmuir en líquidos simples y tensoactivos. *Educación química*, 26(4): 307-313.

- Santos, Zea, Liliana (2010). *Análisis de compuestos fenólicos en harina de nopal (opuntia spp.) Y su efecto in vitro en secreción de insulina*. (Tesis de maestría). Instituto Tecnológico Y De Estudios Superiores De Monterrey. Monterrey, N.L. México.
- Secretaría De Medio Ambiente y Recursos Naturales. (2013). Informe de la situación del medio ambiente en México. Compendio de Estadísticas Ambientales. Indicadores Clave y de Desempeño Ambiental. Edición 2012. México. Recuperado de <http://www.semarnat.gob.mx>
- Selatnia, A., Boukazoula, A., Kechid, N., Bakhti, M Chergui, A. (2004). Biosorption of Fe^{3+} from aqueous solution by a bacterial dead *Streptomyces rimosus* biomass. *Process Biochemistry*, 39: 1643–1651.
- Sellami M., Zarai Z., Khadhraoui M., Jdidi N., Leduc R., y Rebah F. (2014). Cactus juice as bioflocculant in the coagulation–flocculation process for industrial wastewater treatment: a comparative study with polyacrylamide. *Water Science & Technology*, 70(1): 1175-1181.
- SIAP, (2018). Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquera. SAGARPA, México. Consulta 20/03/2019. <http://www.gob.mx/siap/>
<http://infosiap.siap.gob.mx/gobmx/datosAbiertos.php>
- Skoog, D. A., Holler, J. H., y Nieman, T. A. (2008). *Principios de Análisis Instrumental*. 6a Edición. Madrid, España. McGraw Hill.
- Soberanis, M., Yoval, L., Guzmán, L. y Palacios, Leticia. (2021). Análisis mediante microscopía electrónica y difracción de rayos- x de los lodos generados en la potabilización del agua durante su tratamiento. Recuperado de: https://www.researchgate.net/publication/240643367_ANALISIS_MEDIANTE_MICROSCOPIA_ELECTRONICA_Y_DIFRACCION_DE_RAYOS-X_DE_LOS_LODOS_GENERADOS_EN_LA_POTABILIZACION_DEL_AGUA_DURANTE_SU_TRATAMIENTO
- Toxqui, L., Piero, A. De, Courtois, V., Bastida, S., Sánchez-Muniz, F. y Vaquero, M. (2010). Deficiencia y sobrecarga de hierro: implicaciones en el estado oxidativo y la salud cardiovascular. *Nutrición Hospitalaria*, 25(3): 350-365.

- Treybal, R. (1980). *Operaciones de transferencia de masa*. New York, USA: MacGraw-Hill.
- Urdampilleta, A., Martínez J. y González, P. (2010). Intervención dietético-nutricional en la prevención de la deficiencia de hierro. *Nutrición clínica y dietética hospitalaria*. 30(3): 27-4.
- Van Olphen, H. (1982). Zeta Potential In Colloid Science-Theory and Application. *Clays Clay Miner*. 30, 159.
- Vargas, S. (2019). *Remoción de metales pesados de agua del Río Yautepec utilizando mucílago de Opuntia ficus-indica*. (Tesis de doctorado). CEPROBI-IPN, Morelos, México.
- Ventura, A., Bosquez, M., Bautista, B., y Rivera, C. (2017). Cactus stem (*Opuntia ficus-indica* Mill): Anatomy, physiology and chemical composition with emphasis on its biofunctional properties. *Journal of the science of food and agriculture*. 97(15):5065–5073.
- Vieyra, H., Figueroa, U., Guevara, A., Vergara, B., Martin, E. y Aguilar, M. (2015). Optimized Monitoring of Production of Cellulose Nanowhiskers from *Opuntia ficus-indica* (Nopal Cactus). *International Journal of Polymer Science*, 1–8.
- Villabona Á., Paz, I. y Martínez, J. (2013). Caracterización de la *Opuntia ficus-indica* para su uso como coagulante natural. *Rev. Colomb. Biotecnol*. 15(1):137-144.
- Vishali, S., y Karthikeyan, R. (2014). Cactus *Opuntia (ficus-indica)*: an eco-friendly alternative coagulant in the treatment of paint effluent. *Desalination and Water Treatment*, 56(6); 1489-1497.
- Wan, J., Chakraborty, T., Xu, C., y Ray, M. (2019). Treatment train for tailings pond water using *Opuntia ficus-indica* as coagulant. *Separation and Purification Technology*, 211(2019): 448-455.
- Williams, P. M. (2016). Zeta Potential. En E. Drioli & L. Giorno (Eds.) *Encyclopedia of Membranes* (pp. 2063–2064). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- WWAP (Programa Mundial de Evaluación de los Recursos Hídricos de las Naciones Unidas). (2018). Soluciones basadas en la naturaleza para la gestión del agua (SC-2018/WS/2). París, Unesco. Recuperado de: www.unesco.org/water/wwap.

- WWAP (Programa Mundial de Evaluación de los Recursos Hídricos de las Naciones Unidas). (2017). Informe Mundial de las Naciones Unidas sobre el Desarrollo de los Recursos Hídricos 2017. Aguas residuales: El recurso desaprovechado. París, UNESCO. Recuperado de: www.unwater.org.
- Yu, K. (2015). *Study of the effect of ion concentration, pH, and surface charge on single-particle placemen*. (Tesis de maestría). The university of Texas at Arlington, Arlington, Texas.

ANEXOS

Anexo 1. Curva de calibración para método colorimétrico de tiocianato.

El método colorimétrico de tiocianato para la determinación de Fe fue implementado. A continuación, se describen los materiales y reactivos utilizados para la aplicación del método colorimétrico de determinación de hierro. La medición de absorbancia se determinó utilizando un equipo Scanning Spectrophotometer marca: Shimadzu, modelo UV-1800 UV/Visible, Japón del laboratorio de instrumentación del CEPROBI; de acuerdo con experimentos previos para la elaboración de la curva de calibración realizada, se determinó que el método de tiocianato de amonio implementado tiene un alcance máximo para 20 mgL^{-1} en la determinación de Fe^{3+} en muestras analizadas. Para la curva de calibración se prepararon y leyeron 15 puntos [0.01, 0.05, 0.1, 0.5, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18 y 20 mgL^{-1}].

Materiales

ESPÁTULA DE ACERO INOXIDABLE
CHAROLAS PARA PESAR
PIPETA GRADUADA DE 10 ML
PIPETA GRADUADA DE 5 ML
MACRO AUXILIADOR DE PIPETEADO
PISETA DE 500 ML
PROBETA DE 100 ML
MATRAZ AFORADO DE 500 ML
MATRAZ AFORADO DE 1 L
TUBOS DE ENSAYO 13X100 MM CON TAPA ROSCA

reactivos

AGUA TRIDESTILADA
SULFATO DE AMONIO FERROSO (CRISTALIZADO)
 $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO
ÁCIDO CLORHÍDRICO CONCENTRADO
PERMANGANATO DE POTASIO
TIOCIANATO DE POTASIO

Preparación de solución 0.15 M de permanganato de potasio (KMnO_4).

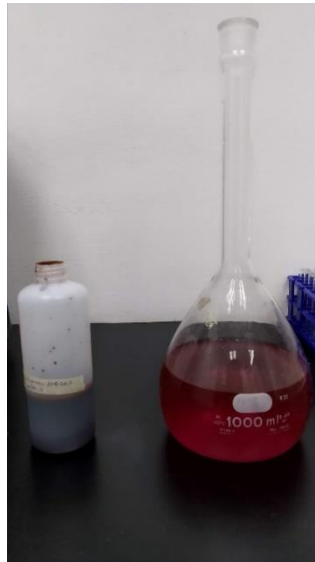
En un matraz aforado de 100 mL, se pesó 2.4 gramos de sulfato de KMnO_4 con ayuda de una balanza analítica Marca Mettler Toledo, modelo AX204, USA y se disolvió en 100 mL de agua tridestilada.

Preparación de solución 1 M de tiocianato de amonio (NH_4SCN).

Se pesó 38 gramos de NH_4SCN con ayuda de una balanza analítica Marca Mettler Toledo, modelo AX204, USA y se disolvió en 500 mL de agua tridestilada en un matraz aforado de 0.5 L.

Preparación de solución stock de Fe^{3+} .

Se pesó 1.404 gramos de sulfato de amonio férrico cristalizado $\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ con ayuda de una balanza analítica Marca Mettler Toledo, modelo AX204, USA y se disolvió en 50 mL de agua tridestilada en un matraz aforado de 1 L. Posteriormente se agregó 20 mL de ácido sulfúrico concentrado. Una vez disuelta y homogénea la solución, se añadieron 500 mL de agua tridestilada. Gota a gota, mientras se agitaba la solución para hegemonizar, se añadía poco a poco la solución de KMnO_4 al 0.02 M hasta que el color rosa persistiera por más de 1 minuto.



Inmediatamente se aforo a 1 L con agua tridestilada. Un mL de esta solución contiene 0.2 g de hierro férrico ($0.2\text{g/mL} = 0.2\text{ mg/L} = 200\text{ ug/L}$).

INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

Compuesto:	PM (g/mol)	%
FeSO ₄ (NH ₄) ₂ SO ₄ · 6H ₂ O	392.14	100
Fe	55.845	X

X= 14.24 %

Entonces:

Compuesto:	m (g)	%
FeSO ₄ (NH ₄) ₂ SO ₄ · 6H ₂ O	1.104	100
Fe	X	14.24

X= 0.2 g

Concentración de solución stock = $0.2 \text{ gL}^{-1} = 200 \text{ mgL}^{-1}$