



Centro Universitario de la Defensa en la Escuela Naval Militar

TRABAJO FIN DE GRADO

*Síntesis, caracterización y estudio cinético de la adsorción de
compuestos orgánicos e inorgánicos mediante hidróxidos dobles
laminares (HDL)*

Grado en Ingeniería Mecánica

ALUMNO: Julio Troncoso Calzado

DIRECTORES: Rosa Devesa Rey

CURSO ACADÉMICO: 2025-2026

Universida_{de}Vigo



Centro Universitario de la Defensa en la Escuela Naval Militar

TRABAJO FIN DE GRADO

*Síntesis, caracterización y estudio cinético de la adsorción de
compuestos orgánicos e inorgánicos mediante hidróxidos dobles
laminares (HDL)*

Grado en Ingeniería Mecánica
Intensificación en Tecnología Naval
Cuerpo General

UniversidadeVigo

RESUMEN

El trabajo estudia la síntesis, caracterización y comportamiento cinético de hidróxidos dobles laminares (HDL) tipo hidrotalcita para la eliminación de contaminantes orgánicos e inorgánicos en agua. Se contextualiza el problema de la escasez hídrica, la presencia de contaminantes y las limitaciones de las tecnologías convencionales, destacando la adsorción como alternativa eficiente y versátil. Se describen la estructura, propiedades y métodos de síntesis de los HDL, centrándose en coprecipitación, síntesis hidrotermal y autoclave, así como las técnicas de activación (química y térmica) y el efecto memoria.

El estudio emplea una técnica de caracterización (TGA) para evaluar la estabilidad térmica de los materiales obtenidos. Posteriormente, se analiza su capacidad de adsorción frente a fosfatos, nitratos y cobre, ajustando los datos a modelos cinéticos para determinar los mecanismos de retención. Los resultados muestran diferencias significativas entre métodos de síntesis y tratamientos posteriores (secado, calcinado, ultrasonidos) en términos de rendimiento másico y desempeño adsorptivo, identificándose la síntesis hidrotermal como la más equilibrada entre calidad estructural y eficiencia. El trabajo concluye que los HDL son adsorbentes prometedores, regenerables y de bajo coste para el tratamiento de aguas contaminadas, alineados con las exigencias normativas actuales.

PALABRAS CLAVE

Hidróxido doble laminar, Síntesis hidrotermal, Adsorción, Tratamiento de aguas, Efecto memoria, e Estabilidad térmica, Hidrotalcita.

AGRADECIMIENTOS

Quisiera expresar mi más sincero agradecimiento a mi tutora por su apoyo constante a lo largo de este trabajo. Su orientación, sus valiosos consejos y su dedicación han sido fundamentales para el desarrollo y la finalización de este proyecto.

En segundo lugar, quiero agradecer profundamente a mis padres y a mi pareja por todo el apoyo incondicional que me han brindado a lo largo de este camino. Su confianza, esfuerzo y ánimo han sido esenciales para poder llegar hasta aquí.

Por último, me gustaría dar las gracias a mis compañeros de la camareta 201 por su paciencia y comprensión durante este proceso. Gracias por aguantar los momentos de estrés, los inconvenientes y los “dramas” que han surgido a lo largo de la realización de este trabajo.

CONTENIDO

Contenido	1
Índice de Figuras	4
Índice de Tablas.....	6
1 Introducción y objetivos	7
1.1 Introducción	7
1.2 Estructura del proyecto	8
1.3 Normativa legislativa	8
1.4 Objetivos	10
2 Estado del arte	11
2.1 Problemática ambiental asociada a la contaminación del agua	11
2.1.1 Escasez de agua y necesidad de reutilización	11
2.1.2 Contaminantes orgánicos e inorgánicos en agua	12
2.1.3 Impacto medioambiental	12
2.2 Tecnologías para el tratamiento de aguas	13
2.2.1 Procesos físico-químicos tradicionales	13
2.2.2 Tecnologías biológicas	13
2.2.3 Tecnologías avanzadas	13
2.2.4 Ventaja de procesos de adsorción	14
2.3 Fundamentos del proceso de adsorción	15
2.3.1 Concepto de adsorción.....	15
2.3.2 Tipos de adsorción: fisisorción y quimisorción.....	15
2.3.3 Modelos cinéticos de adsorción.....	16
2.4 Hidróxidos dobles laminares: estructura y propiedades	16
2.4.1 Definición y estructura interna de los HDL.....	16
2.4.2 Composición química y fórmula general.....	17
2.4.3 Propiedades físico-químicas relevantes	17
2.5 Métodos de síntesis de hidróxidos dobles laminares	18
2.5.1 Co-precipitación	18
2.5.2 Síntesis hidrotermal	18
2.6 Técnicas de activación	19
2.6.1 Activación química	19
2.6.2 Activación térmica y efecto memoria.....	19
2.7 Técnicas de caracterización	20

2.7.1 Difracción de rayos X (DRX).....	20
2.7.2 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....	21
2.7.3 Área superficial y porosidad (BET).....	22
2.7.4 Análisis térmico (TGA)	22
2.7.5 Espectroscopía de emisión atómica (ICP)	22
2.8 Aplicación de los HDL en procesos de adsorción	23
2.8.1 Adsorción de contaminantes orgánicos	23
2.8.2 Adsorción de contaminantes inorgánicos	23
2.8.3 Materiales modificados y composites basados en HDL	24
2.9 Estudios cinéticos aplicados a sistemas HDL	24
2.9.1 Importancia del estudio cinético	24
2.9.2 Comparación de modelos cinéticos	24
3 Material y métodos	26
3.1 Preparación de hidrotalcita.....	26
3.1.1 Preparación de disoluciones	26
3.1.2 Formación de hidrotalcita por coprecipitación	27
3.1.3 Formación de hidrotalcita por reactor hidrotermal	29
3.1.4 Formación de hidrotalcita por autoclave	29
3.2 Procesos de acondicionamiento de las HDL obtenidas	30
3.2.1 Secado.....	31
3.2.2 Calcinado	31
3.2.3 Baño de ultrasonido	32
3.3 Estudio de adsorción	32
3.3.1 Preparación de disoluciones	33
3.3.2 Adsorción de material.....	33
3.3.3 Análisis de la pérdida de eficacia de adsorción	35
3.4 Análisis térmico	36
3.5 Estudio cinético.....	36
3.5.1 Procedimiento experimental	37
3.5.2 Análisis de muestra y cuantificación	37
3.5.3 Modelización matemática	37
3.6 Diagrama.....	38
4 Resultados y discusión	39
4.1 Resultados y discusión	39
4.1.1 Formación de la hidrotalcita	39
4.1.2 Evolución de la hidrotalcita	39

4.1.3 Resultados adsorción del material	42
4.1.4 Eficiencia de la hidrotalcita	45
4.1.5 Resultados del análisis térmico.....	46
4.1.6 Resultados del estudio cinético.....	49
5 conclusiones y líneas futuras.....	60
5.1 Conclusiones	60
5.2 Líneas futuras	60
6 Bibliografía.....	62
Anexo I: Implicaciones Sociales, y/o Económicas, y/o Ambientales	68
Anexo II: Reflexiones Éticas y Sociales	70

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2-1. Estimación de escasez de agua en países africanos para 2025 [11]	11
Figura 2-2. Estructura interna de la brucita e hidrotalcita [33]	17
Figura 2-3. Difractogramas de rayos X de HDL con carbonato y HDL [41].....	21
Figura 2-4. Espectros en la región del Infrarrojo medio con trasformada de Fourier de los sólidos N0,75A0,25 y N0,66A0,33. [42]	21
Figura 3-1 Montaje para la preparación de la disolución [Autoría propia].....	28
Figura 3-2 pHmetro EdgePH (HANNA) [Autoría propia]	28
Figura 3-3 Sistema de filtrado [Autoría propia]	29
Figura 3-4 Reactores hidrotermales preparados con las disoluciones [Autoría propia].....	29
Figura 3-5 Disolución dentro del autoclave [Autoría propia]	30
Figura 3-6 Autoclave trabajando a temperatura y presión [Autoría propia]	30
Figura 3-7 3 muestras iguales de cada proceso de formación de hidrotalcita, con sus respectivos pesos [Autoría propia].....	31
Figura 3-8 Muestras de HDL tras el secado [Autoría propia]	31
Figura 3-9 Muestras en la mufla para el calcinado [Autoría propia]	32
Figura 3-10 Muestras en el baño de ultrasonido [Autoría propia]	32
Figura 3-11 9 muestras de fosfato 10 mg/L con 0,125 mg de HDL [Autoría propia]	34
Figura 3-12 Fotómetro multiparamétrico [Autoría propia]	35
Figura 3-13 Analizador termogravimétrico [Autoría propia].....	36
Figura 3-14 Excel de líneas de tendencia de los métodos	37
Figura 3-15 Diagrama proceso del proyecto	38
Figura 4-1 Adsorción del material según el proceso y método	43
Figura 4-2 Comparación 3 compuestos frente a la adsorción de la hidrotalcita	46
Figura 4-3 Pérdida de masa frente a temperatura Coprecipitado secado	47
Figura 4-4 Pérdida de masa frente a temperatura HTC secado	47
Figura 4-5 Pérdida de masa frente a temperatura Autoclave secado.....	48
Figura 4-6 Modelo de primer orden fosfato	50
Figura 4-7 Modelo de segundo orden fosfato.....	50
Figura 4-8 Modelo de Chien-Clayton fosfato	51
Figura 4-9 Modelo de intrapartícula fosfato.....	51
Figura 4-10 Modelo de Bangham fosfato.....	52
Figura 4-11 Modelo de primer orden nitrato	53
Figura 4-12 Modelo de segundo orden nitrato	53
Figura 4-13 Modelo de Chien-Clayton nitrato	54
Figura 4-14 Modelo de intrapartícula nitrato	54

Figura 4-15 Modelo de Bangham nitrato	55
Figura 4-16 Modelo de primer orden cobre	56
Figura 4-17 Modelo de segundo orden cobre.....	56
Figura 4-18 Modelo de Chien-Clayton cobre.....	57
Figura 4-19 Modelo de intrapartícula cobre.....	57
Figura 4-20 Modelo de Bangham cobre.....	57

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 4-1 Cantidades de hidrotalcita obtenida en cada proceso	39
Tabla 4-2 Tabla de pesos antes y después del secado	40
Tabla 4-3 Muestras antes y después del calcinado	40
Tabla 4-4 Muestras antes y después del baño de ultrasonido y secado.....	40
Tabla 4-5 Concentraciones de fosfato para cada método y proceso	42
Tabla 4-6 Concentraciones de nitrato para cada método y proceso	43
Tabla 4-7 Concentraciones de cobre para cada método y proceso.....	43
Tabla 4-8 Resultados de las tandas para ver la eficacia de la hidrotalcita	45
Tabla 4-9 Resultados de cada modelo cinético	49

1 INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1.1 Introducción

Durante las últimas décadas, el aumento en la actividad industrial ha provocado una liberación de contaminantes al medio ambiente, afectando a gran parte del medio acuático. Dentro de estos contaminantes encontramos contaminantes orgánicos, tales como fármacos, colorantes o pesticidas, y contaminantes inorgánicos, destacando metales pesados. La presencia de las sustancias mencionadas anteriormente en el agua supone un riesgo significativo en el medio ambiente y a su vez en la salud humana. Por ello, es necesario investigar de estrategias más eficientes para eliminación de contaminantes que se encuentran en el agua.

El objetivo de los tratamientos de aguas contaminadas es acelerar los procesos naturales mediante los que se limpia y purifica el agua, de tal manera que se pueda liberar al medio ambiente de la manera más segura. El tratamiento de aguas contaminadas convencional consta de varios procesos: tratamiento físico, tratamiento biológico y tratamiento químico. Centrando este proyecto en el tratamiento químico, éste se basa en eliminar sustancias disueltas y contaminantes mediante aditivos o reacciones químicas. Algunos de estos procesos son, la oxidación, el ajuste de pH, la coagulación y la floculación, entre otros.

A lo largo de los años se ha adoptado una postura de mayor interés por el tratamiento de aguas, explorando nuevas técnicas y estrategias, debido a que los tratamientos convencionales muestran costes elevados, generan residuos secundarios o una baja selectividad frente a contaminantes. Debido a esto, se exploran nuevas opciones como es el caso de la adsorción con materiales de alta eficacia, debido a su simpleza operativa, mayor eficiencia, menor coste y mayor versatilidad frente a un mayor número de contaminantes.

La adsorción es un proceso donde se da la adhesión de átomos, iones o moléculas de un gas, líquido o sólido disuelto en una superficie. Este proceso crea una película de adsorbato en la superficie del adsorbente y puede ocurrir mediante interacciones físicas débiles, como lo son las fuerzas de Van der Waals, o mediante enlaces químicos fuertes, como es la quimisorción. Tienen gran relevancia las propiedades de los adsorbentes, ya que a mejor material adsorbente la probabilidad de reducir la contaminación en el agua será más elevada.

Dentro del estudio de adsorbentes ha despertado el interés del uso de los hidróxidos dobles laminares (HDL), debido a sus propiedades estructurales y químicas. Estos materiales tienen una estructura laminar con carga positiva, compensada por los aniones intercambiables en el espacio interlaminar, lo que les da una elevada interacción con especies cargadas en una disolución. Los hidróxidos dobles laminares son unos adsorbentes muy eficientes, su composición es fácilmente ajustable, al igual que sus propiedades gracias a métodos de síntesis que eliminan materiales orgánicos e inorgánicos que se

encuentran en aguas contaminadas. Todas las ventajas que muestran los hidróxidos doble laminares han originado un gran número de investigaciones respecto a procesos de tratamiento ambiental. Varios estudios han demostrado que los HDL pueden retener diversos contaminantes por adsorción como, metales pesados, colorantes orgánicos y compuestos inorgánicos tóxicos o fármacos, demostrando que el uso de HDL no solo sirven para materiales orgánicos e inorgánicos sino también lo hacen con gran eficiencia dependiendo de la composición y estructura.

En lo que respecta a su síntesis, existen diversas metodologías para la obtención de hidróxidos dobles laminares, destacando la coprecipitación, el método hidrotérmico mediante reactor hidrotermal y mediante autoclave. Dado que los parámetros de síntesis determinan críticamente la cristalinidad, morfología y composición del producto, la optimización de estos procesos es esencial para maximizar su eficiencia como materiales adsorbentes.

Por otro lado, el estudio de la cinética de adsorción permite comprender los mecanismos que predominan en la interacción entre el adsorbente y el adsorbato. El análisis cinético muestra información relevante sobre la naturaleza de las interacciones, la velocidad del proceso, lo que se utiliza para evaluar la viabilidad del material en aplicaciones reales. El análisis cinético del proceso de adsorción se fundamenta en el ajuste de los datos experimentales a modelos teóricos, tales como las ecuaciones de pseudo-primero orden, pseudo-segundo orden o el modelo de difusión intra-partícula. Esta etapa es indispensable para discernir los mecanismos de transferencia de masa y la naturaleza de las interacciones en la interfase sólido-líquido, permitiendo así una interpretación físicoquímica rigurosa de los resultados obtenidos.

La versatilidad de estos materiales abre nuevas opciones para su uso en sistemas de tratamiento de aguas de manera más eficientes y sostenibles, contribuyendo así a la protección del medio ambiente y al uso responsable de los recursos hídricos.

Este trabajo fin de grado tiene como objetivo la síntesis de hidróxidos dobles laminares, su caracterización mediante diferentes técnicas y la evaluación de su capacidad como adsorbente frente a compuestos orgánicos e inorgánicos. Asimismo se llevará a cabo un estudio cinético para entender los mecanismos implicados y así valorar a estos materiales como adsorbentes en aplicaciones ambientales, como el tratamiento de aguas contaminadas.

1.2 Estructura del proyecto

Esta memoria se organiza en seis capítulos principales que abarcan desde la fundamentación teórica hasta la validación experimental del estudio. Tras la exposición inicial de los objetivos, el segundo capítulo desarrolla el estado del arte, donde se analiza la problemática de la contaminación del agua y se presentan las bases físicoquímicas de los hidróxidos dobles laminares (HDL), incluyendo sus métodos de síntesis y las técnicas empleadas para su caracterización. El tercer capítulo, materiales y métodos, describe con detalle el procedimiento experimental seguido para la obtención de hidrotalcitas mediante coprecipitación, síntesis hidrotérmica y ensayos en autoclave, así como los posteriores tratamientos de secado y calcinación. A continuación, se recogen los ensayos de adsorción realizados para evaluar la capacidad del material frente a distintos analitos, como fosfatos, nitratos y cobre. Finalmente, la memoria se cierra con la presentación y discusión de los resultados, su validación, las conclusiones generales, la bibliografía utilizada y los anexos relativos al impacto socioambiental y ético del proyecto.

1.3 Normativa legislativa

La gestión adecuada de las aguas residuales constituye un elemento clave para la protección de la salud pública y la conservación del equilibrio de los ecosistemas acuáticos. La presencia persistente de analitos críticos (metales pesados, nitratos y contaminantes orgánicos de difícil degradación) en efluentes urbanos e industriales supone una amenaza directa tanto para la biodiversidad acuática como para la calidad de las fuentes de agua destinadas al consumo humano.

Con el fin de mitigar estos riesgos, el marco legislativo vigente establece límites de vertido cada vez más exigentes, que obligan a las estaciones depuradoras a adoptar sistemas de tratamiento más eficientes y sostenibles. En este contexto, cobra especial relevancia la incorporación de tecnologías avanzadas, entre las que destacan los hidróxidos dobles laminares (HDL), cuya elevada capacidad de adsorción y versatilidad estructural los convierte en candidatos idóneos para favorecer el cumplimiento de los estándares de calidad del agua establecidos.

La normativa vigente establece criterios técnicos estrictos para la monitorización y vertido de aguas residuales, con el objetivo de minimizar el impacto antropogénico sobre los recursos hídricos. En el ámbito aplicable a este trabajo, destacan las siguientes disposiciones legales:

1. Normativa Internacional (Acuerdos y tratados)

Protocolo de 1997 sobre la protección y el uso de los cursos de agua transfronterizos y los lagos internacionales (Convenio de Helsinki): busca la prevención y la reducción de la contaminación del agua en las cuencas hidrográficas compartidas entre países [1].

Convenio de las Naciones Unidas sobre el Derecho de los Usos Internacionales del Agua para Fines Distintos de la Navegación (1997): establece normas internacionales para el uso y protección de los cuerpos de agua internacionales, promoviendo el uso sostenible de los recursos hídricos compartidos [2].

2. Normativa Europea

Directiva de Aguas de Consumo (98/83/CE): Regula la calidad del agua destinada al consumo humano, garantizando que cumpla con los estándares sanitarios para proteger la salud humana [3].

Directiva sobre tratamiento de aguas residuales urbanas (91/271/CEE): establece normas sobre la recogida, el tratamiento y la descarga de aguas residuales urbanas, así como la protección de las aguas receptoras de estas descargas [3].

Directiva Marco del Agua (2000/60/CE): establece un marco para la gestión de las aguas a nivel de la UE. Tiene como objetivo alcanzar el "buen estado" de todas las aguas europeas (superficiales, subterráneas y costeras) mediante la gestión integrada de los recursos hídricos [4].

Directiva sobre la calidad de las aguas destinadas al baño (2006/7/CE): regula la calidad de las aguas de baño en la UE, estableciendo los estándares de calidad que deben cumplir los cuerpos de agua en los que se permite el baño [5].

3. Legislación nacional

Directiva 91/271/CEE del Consejo, de 21 de mayo de 1991: "Sobre el tratamiento de las aguas residuales urbanas": Esta normativa comunitaria regula la recogida, tratamiento y vertido de aguas residuales urbanas e industriales. Su objetivo central es proteger el medio acuático de la degradación antropogénica, exigiendo procesos de depuración rigurosos antes de cualquier descarga en ríos o mares [6]. Por ello la directiva establece los siguientes requisitos:

- Instalación de sistemas colectores para el saneamiento en todas las aglomeraciones urbanas de más de 2.000 habitantes-equivalentes.
- Aplicación de tratamientos secundarios en estaciones depuradoras para eliminar materia orgánica y otros contaminantes antes del vertido.
- Aplicación de tratamientos secundarios en estaciones depuradoras para eliminar materia orgánica y otros contaminantes antes del vertido.

Real Decreto-Ley 11/1995, de 28 de diciembre: "Normas aplicables al tratamiento de las aguas residuales urbanas": este Real Decreto transpone la Directiva 91/271/CEE al marco normativo español y establece los requisitos legales que deben cumplir las instalaciones de depuración para garantizar que las aguas residuales urbanas reciban un tratamiento adecuado antes de su vertido [7]. Este decreto incluye:

- Tratamientos obligatorios: Se exige que todas las aglomeraciones urbanas de más de 10.000 habitantes dispongan de un tratamiento secundario como mínimo. En el caso de zonas sensibles, se requiere un tratamiento más avanzado para reducir la carga contaminante.
- Prohibición del vertido de fangos a aguas marítimas: Desde 1999, el decreto prohíbe la descarga de lodos provenientes de depuradoras en el mar, fomentando su reutilización y tratamiento adecuado.
- Control de la contaminación industrial: Se establece la necesidad de que las industrias pretraten sus aguas residuales antes de verterlas en los sistemas de saneamiento, para evitar la sobrecarga de contaminantes en las estaciones depuradoras.

Resolución de 30 de junio de 2011: "Declaración de zonas sensibles en las cuencas intercomunitarias": esta resolución establece las zonas sensibles en las cuencas hidrográficas intercomunitarias, determinando las áreas donde el vertido de aguas residuales requiere un tratamiento más riguroso para evitar la contaminación de ríos, lagos y acuíferos [8].

Para definir las zonas se siguen unos criterios, que son:

- Presencia de altos niveles de nutrientes, que pueden favorecer la eutrofización de los cuerpos de agua.
- Ubicación de fuentes de agua potable, que requieren una mayor protección frente a la contaminación.
- Impacto ambiental y biodiversidad, garantizando la preservación de ecosistemas acuáticos sensibles.

Esta resolución es determinante al imponer niveles de depuración más estrictos en áreas vulnerables. Dicho rigor normativo justifica la implementación de tecnologías de alta eficiencia, como los hidróxidos dobles laminares (HDL), cuya capacidad superior de intercambio iónico permite optimizar la eliminación de contaminantes críticos en el tratamiento de aguas residuales.

1.4 Objetivos

Considerando lo expuesto anteriormente, se pone de manifiesto la necesidad de seguir investigando métodos eficaces para la eliminación de contaminantes en aguas residuales. En este contexto, el presente Trabajo de Fin de Grado tiene como objetivo principal abordar esta problemática mediante los siguientes objetivos parciales:

- Síntesis de hidrotalcita: obtención del hidróxido doble laminar mediante tres rutas metodológicas: coprecipitación, reactor hidrotermal y autoclave. Seguido de una etapa de secado, calcinado y baño de ultrasonido.
- Evaluación de la capacidad adsorptiva: estudio de la eficacia del hidróxido doble laminar en la eliminación de fosfato, nitrato y cobre en disolución.
- Caracterización termogravimétrica: análisis térmico (TGA) para determinar la estabilidad y pérdida de masa del material en función de la temperatura.
- Análisis cinético: estudio de la tasa de eliminación de contaminantes para evaluar el rendimiento del adsorbente en función del tiempo.

2 ESTADO DEL ARTE

2.1 Problemática ambiental asociada a la contaminación del agua

2.1.1 Escasez de agua y necesidad de reutilización

La escasez hídrica ocurre cuando el agua disponible es insuficiente para cubrir las necesidades de una zona. Actualmente, esta crisis afecta a 2.800 millones de personas a nivel global durante al menos un mes al año. De ellas, 1.300 millones no cuentan con agua potable. Para evaluar la magnitud de este problema, se emplean los siguientes indicadores [9]:

- Estrés hídrico: ocurre cuando la demanda de agua es mayor a la cantidad disponible o cuando su uso se restringe por baja calidad. En el índice de Falkenmark [10], una región lo padece si sus suministros anuales caen por debajo de los 1700 m³ por persona (Figura 2-1).
- Crisis hídrica: Situación donde la disponibilidad de agua no contaminada es inferior a la demanda.
- Escasez física frente a económica: la escasez física resulta de la insuficiencia de recursos naturales, mientras que la escasez económica deriva de una mala gestión o falta de inversión en infraestructura para extraer el agua.

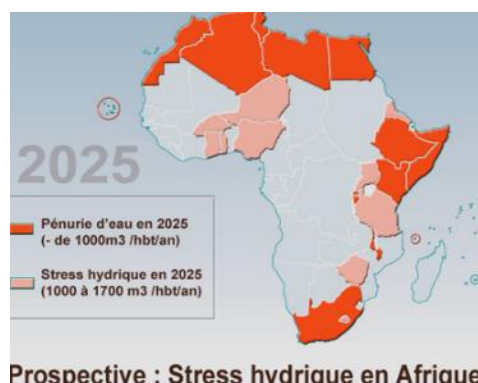


Figura 2-1. Estimación de escasez de agua en países africanos para 2025 [11]

A nivel global, de los 1.400 millones de kilómetros cúbicos de agua en la Tierra, solo 200.000 kilómetros cúbicos representan agua dulce disponible para el consumo humano, lo que pone de manifiesto la necesidad de recuperar las aguas contaminadas y desarrollar tecnologías de tratamiento.

El agua es un elemento esencial para el desarrollo de la vida y a su vez de procesos biológicos, ya que es un recurso primario para tanto para el crecimiento económico como para la sostenibilidad ambiental [12]. Es un recurso que, por desgracia, es irremplazable, y limitado. A lo largo de los últimos años el crecimiento de la población mundial ha aumentado significativamente y la mejora de la calidad y nivel de vida y el consumo en exceso de algunos sectores justifica gran parte de la crisis del agua [13]. En la industria, el agua es un elemento que se utiliza de manera masiva, en forma de materia prima, agente de limpieza, por lo que se desplazan grandes volúmenes de aguas residuales, que en caso de no gestionarse como se debe degradan los cuerpos hídricos receptores.

Hay gran cantidad de sectores que utilizan el agua como su principal fuente [14], pero el mayor porcentaje cae del lado de la agricultura, con más de un 70% de extracciones mundiales de agua dulce para el riego. A raíz de la gran cantidad de extracción de agua dulce, se genera la idea de reutilización de agua como una alternativa bajo el modelo de economía circular, con el objetivo de reciclar, reducir y reutilizar recursos. Su importancia radica en: alivio de estrés hídrico, práctica de fertiirrigación y beneficios económicos.

Para finalizar, también debe añadirse el cambio climático, que cada año intensifica más la escasez los recursos hídricos por medio de la alteración de los patrones de precipitación, aumento de las sequías y reducción de glaciares. Todo ello ocasiona un aumento del estrés hídrico y reduce el rendimiento agrícola, produciendo de esta manera problemas económicos [14].

2.1.2 Contaminantes orgánicos e inorgánicos en agua

Dentro de la polución hídrica, un grupo específico de contaminantes orgánicos es categorizado como contaminantes emergentes (CE). Este término se reserva para aquellos microorganismos y sustancias, ya sean sintéticas o naturales, que no se monitorean de forma habitual pero que poseen el potencial de afectar el medio ambiente y la salud humana [15].

Dentro del contexto de calidad del agua y la reutilización, los componentes inorgánicos de mayor interés son los relacionados con el enriquecimiento de nutrientes y los parámetros físico-químicos que afectan al suelo y la salud. Entre ellos destacan el Nitrógeno (N), el Fósforo (P); principales responsables de la eutrofización [16]; metales pesados y metaloides (plomo, arsénico, entre otros), agentes químicos de tratamiento (el cloro) [15].

2.1.3 Impacto medioambiental

La degradación de la calidad del agua debido a la gran actividad humana representa una de las mayores crisis ambientales del siglo XXI [17]. La liberación de sustancias contaminantes en el ecosistema acuático no solo afecta y compromete al agua dulce, sino que a su vez genera efectos sistémicos que alteran el equilibrio biológico y geológico del planeta. Algunos de los efectos negativos más destacables incluyen:

- Degradación de ecosistemas y pérdida de biodiversidad: la contaminación del medio hídrico está ocasionando la destrucción de hábitats como pueden ser los arrecifes de coral. El vertido de metales pesados, plásticos y de aguas residuales que no están tratadas reduce la biodiversidad de forma crítica [17].
- Acumulación de contaminantes emergentes y metales pesados: los contaminantes emergentes y metales pesados son ingeridos por pequeños organismos y termina afectando a los grandes depredadores y seres humanos.
- Efectos climáticos: la contaminación y el cambio climático están relacionados. Las inundaciones extremas, más frecuentes debido al calentamiento global, movilizan grandes cantidades de sustancias peligrosas (pesticidas, productos químicos industriales) que son arrastrados por escorrentía desde los suelos adyacentes al curso de los ríos.
- Adsorción: el uso de materiales avanzados como los adsorbentes potenciados por la nanotecnología, se presenta como una renovación con el objetivo de mitigar las toxinas o

contaminantes hacia el medio ambiente y asegurar la sostenibilidad de los recursos hídricos [18].

2.2 Tecnologías para el tratamiento de aguas

2.2.1 Procesos físico-químicos tradicionales

Los procesos físico-químicos tradicionales son pilares fundamentales en cuanto al tratamiento de aguas ya que están diseñados para eliminar contaminantes que los métodos biológicos no logran degradar de manera eficiente [15]. Dentro de los varios procesos que existen destaca la coagulación-floculación, que emplea agentes químicos como el sulfato de aluminio o sales de hierro para aglomerar partículas coloidales y facilitar su sedimentación [19]. Este proceso es capaz de reducir drásticamente la turbidez y el contenido de fósforo, nitrato o cobre en el efluente [16]. De manera complementaria, la filtración granular en lechos de arena y grava actúa como una barrera física contra sólidos en suspensión y microorganismos, siendo muy valorada por su robustez y bajo costo operativo.

Para eliminar los microorganismos y la materia orgánica persistente, se utilizan procesos de oxidación convencionales, principalmente la cloración y la ozonización, que pueden alcanzar eficiencias de eliminación del 100% en contaminantes específicos en tiempos de contacto breves [15]. La adsorción, frecuentemente realizada con carbón activado, es esencial para capturar compuestos orgánicos no polares mediante interacciones hidrofóbicas. Por último, el intercambio iónico mediante resinas sintéticas representa el método tradicional para el ablandamiento y desmineralización del agua, sustituyendo iones de calcio y magnesio por sodio para evitar incrustaciones industriales [20]. La integración de estos métodos suele ser necesaria para garantizar una calidad de agua apta para la reutilización segura.

2.2.2 Tecnologías biológicas

Las tecnologías biológicas constituyen un pilar fundamental en la depuración de aguas residuales, utilizando microorganismos como bacterias, hongos y algas para eliminar contaminantes mediante reacciones bioquímicas. Estos procesos se clasifican principalmente en aerobios y anaerobios, según la disponibilidad de oxígeno necesaria para el metabolismo microbiano [21].

Los sistemas de tratamiento biológico se dividen principalmente según su demanda de oxígeno. Los procesos aerobios, como los lodos activados (AS), los reactores discontinuos secuenciales (SBR) y los contactores biológicos rotatorios (RBC), son altamente eficaces para efluentes de baja carga, transformando la materia orgánica en agua y biomasa [21]. Por otro lado, los tratamientos anaerobios operan en ausencia de oxígeno, lo que reduce el consumo energético y permite la generación de biogás. En esta categoría, los reactores de flujo ascendente (UASB) y de lecho granular expandido (EGSB) destacan por su rendimiento superior en el tratamiento de aguas industriales de alta concentración.

Por otro lado, tecnologías más avanzadas como el biorreactor de membrana (MBR) combinan la degradación biológica con la filtración física. Esta integración permite obtener un efluente de altísima calidad ocupando una superficie significativamente menor [19]. No obstante, la eficacia de estos procesos está supeditada a un control riguroso de parámetros críticos como el pH, la temperatura y el tiempo de retención hidráulica (TRH), los cuales deben optimizarse en función de la composición del vertido.

2.2.3 Tecnologías avanzadas

Las tecnologías de tratamiento avanzado, implementadas mayoritariamente en la etapa terciaria, resultan cruciales para la obtención de agua de alta calidad destinada a usos industriales, agrícolas e incluso al abastecimiento humano [22]. Su ventaja competitiva reside en superar las deficiencias de los métodos convencionales, logrando la remoción de contaminantes específicos como metales pesados, patógenos, sales y microcontaminantes.

En este ámbito, las tecnologías de membrana cobran protagonismo; la ósmosis Inversa (RO) destaca por su eficiencia superior al 99%, mientras que los biorreactores de membrana (MBR) ofrecen una solución híbrida que fusiona la filtración física con el proceso biológico en un diseño compacto [23]. Complementariamente, los procesos de oxidación avanzada (AOP) emplean radicales hidroxilo para degradar compuestos orgánicos persistentes y residuos farmacológicos que resisten los tratamientos biológicos.

Actualmente, la disciplina evoluciona hacia la digitalización mediante inteligencia artificial (IA), permitiendo una optimización y monitorización en tiempo real. Este enfoque, alineado con la economía circular, permite recuperar nitrógeno, fósforo y biogás, convirtiendo las plantas de tratamiento en centros de producción de recursos. Estas herramientas son vitales ante la sofisticación de los contaminantes emergentes, impulsando el desarrollo de materiales innovadores como tamices iónicos y agentes de reducción-oxidación para procesos de intercambio iónico, electrodiálisis y separación de mezclas aceite-agua [23] [24].

2.2.4 Ventaja de procesos de adsorción

La adsorción se ha consolidado como una de las estrategias más competitivas y versátiles para el tratamiento de aguas residuales debido a su simplicidad de diseño, alta eficiencia y capacidad para eliminar un espectro sumamente amplio de contaminantes [25]. Esta tecnología permite la captura efectiva de metales pesados, colorantes, nutrientes (como fosfatos y nitratos) y contaminantes emergentes, incluso en concentraciones de trazas donde otros métodos fracasan. En comparación con los Procesos de Oxidación Avanzada (AOPs), que a menudo resultan intensivos en energía y pueden generar subproductos de mayor toxicidad [24] [26], la adsorción destaca por ser una operación económicamente viable y libre de químicos adicionales, lo que reduce significativamente el impacto ambiental derivado del tratamiento.

Dentro de la ciencia de materiales, los hidróxidos dobles laminares (HDL) se han consolidado como una línea de investigación de gran relevancia, al situarse en la vanguardia de los materiales funcionales para aplicaciones ambientales, catalíticas y de liberación controlada. Estos compuestos presentan una estructura laminar análoga a la de la brucita, en la que cationes metálicos se distribuyen en capas octaédricas cargadas positivamente, compensadas por aniones interlaminares y moléculas de agua situados en el espacio entre láminas. Esta arquitectura confiere a los HDL una superficie específica elevada, así como una notable accesibilidad a los sitios activos, lo que favorece los procesos de intercambio iónico y adsorción. Además, su composición es altamente ajustable: es posible modificar la naturaleza y la proporción de los cationes metálicos, así como el tipo de aniones interlaminares, permitiendo sintonizar propiedades como la basicidad, la hidrofobicidad, la capacidad de intercambio aniónico o la estabilidad térmica en función de la aplicación objetivo. Esta versatilidad química excepcional sitúa a los HDL como plataformas eficientes para diseñar materiales a medida en campos como la remediación de aguas, la catálisis heterogénea o el desarrollo de nanocompuestos híbridos orgánico-inorgánicos [27] [28]. Su rendimiento puede optimizarse mediante la variación controlada de la relación molar entre cationes divalentes y trivalentes ($M^{2+}:M^{3+}$), típicamente en rangos de 2:1 a 4:1, y mediante la selección estratégica de los aniones de compensación, como carbonatos, sulfatos o cloruros, que influyen directamente en la estabilidad y la capacidad de intercambio.

Una ventaja distintiva de los HDL radica en el denominado "efecto memoria", un fenómeno estructural único que permite la reconstrucción espontánea de su red laminar original tras procesos de calcinación a temperaturas moderadas (300-700 °C), donde se forma el óxido mixto correspondiente. Este mecanismo facilita una regeneración eficiente del material, mediante simple hidratación o re-intercalación aniónica y habilita su reutilización cíclica prolongada, minimizando drásticamente la pérdida de material activo y promoviendo aplicaciones sostenibles en procesos de adsorción.

El desarrollo de estos adsorbentes avanzados no solo garantiza una alta estabilidad térmica y química en condiciones reales, sino que se alinea estrictamente con los principios de la economía circular al permitir la recuperación de recursos valiosos y el uso de precursores sostenibles.

2.3 Fundamentos del proceso de adsorción

2.3.1 Concepto de adsorción

La adsorción constituye un proceso fisicoquímico fundamental en la ingeniería del tratamiento de aguas, basado en la transferencia de contaminantes desde la fase líquida hacia la superficie sólida de un adsorbente. Este mecanismo se distingue claramente de los Procesos de Oxidación Avanzada (POA), que implican la generación de radicales hidroxilos altamente reactivos para la degradación oxidativa de compuestos orgánicos. la adsorción opera de manera independiente como un método de remoción física y química, concentrando los contaminantes en los sitios activos del material sin requerir oxidación química ni especies reactivas de oxígeno. No obstante, puede desempeñar un rol complementario en sistemas híbridos, donde actúa como paso previo que concentra el adsorbato en la interfaz sólida-líquido, facilitando así una posterior interacción con agentes oxidantes generados en POA. Este conjunto optimiza la eficiencia global del tratamiento, permitiendo la mineralización completa de contaminantes persistentes en la superficie del adsorbente. Para seguir el método científico de forma rigurosa, es clave usar ensayos de control que separen la adsorción física (retención en la superficie) de la degradación química por radicales libres. En este ámbito, los hidróxidos dobles laminares (HDL) se posicionan como materiales de alto interés debido a su elevada área superficial y su capacidad de intercambio iónico [26].

2.3.2 Tipos de adsorción: fisisorción y quimisorción

El fenómeno de la adsorción se fundamenta en la acumulación o enriquecimiento de uno o más componentes de una fase fluida (gas o líquido) en la región interfacial de un sólido adsorbente [29]. Esta interacción es consecuencia directa del estado de coordinación incompleto de los átomos en la superficie del sólido, los cuales presentan valencias libres que generan fuerzas de atracción sobre las moléculas del entorno. Atendiendo a la naturaleza de las fuerzas de interacción involucradas, el proceso se clasifica en dos categorías fundamentales: la adsorción física o fisisorción y la adsorción química o quimisorción.

1. Adsorción física (Fisisorción)

La fisisorción se caracteriza por estar mediada por fuerzas intermoleculares débiles, predominantemente de tipo Van der Waals, similares a las fuerzas responsables de la licuefacción de los gases [25]. Debido a la naturaleza de estas interacciones, el proceso presenta las siguientes propiedades técnicas:

- **Entalpía de adsorción:** Se trata de un proceso exotérmico con energías de interacción reducidas, situándose habitualmente en el rango de 8 a 20 kJ/mol.
- **Multicapas y especificidad:** Al no ser un proceso específico, permite la formación de múltiples capas moleculares sobre la superficie del sólido, lo que resulta fundamental para la caracterización de áreas superficiales y porosidad mediante el modelo de Brunauer-Emmett-Teller (BET).
- **Cinética:** La energía de activación es prácticamente nula, lo que implica una velocidad de adsorción elevada, limitada únicamente por procesos de difusión en la red porosa del adsorbente.

2. Adsorción química (Quimisorción)

La quimisorción, por el contrario, implica una interacción mucho más intensa que conlleva la formación de enlaces químicos específicos (covalentes o iónicos) entre las moléculas del adsorbato y los centros activos de la superficie. Sus características distintivas incluyen:

- **Especificidad y selectividad:** El proceso solo ocurre en sitios reactivos específicos que poseen afinidad química con el contaminante, lo que lo hace altamente selectivo.

- **Formación de monocapa:** A diferencia de la fisisorción, la quimisorción se satura una vez que se han ocupado todos los centros activos disponibles, limitándose estrictamente a la formación de una monocapa molecular.
- **Energía de interacción:** La entalpía asociada es significativamente mayor, oscilando entre 40 y 600 kJ/mol, lo que puede provocar alteraciones estructurales permanentes en las moléculas adsorbidas.
- **Dependencia térmica:** A menudo requiere una energía de activación considerable, por lo que la velocidad del proceso suele incrementarse con la temperatura.

2.3.3 Modelos cinéticos de adsorción

El estudio de la cinética de adsorción es un componente esencial en el desarrollo de un Trabajo de Fin de Grado, ya que permite determinar la velocidad de eliminación de los contaminantes y comprender los mecanismos de transferencia de masa involucrados [30]. La tasa de adsorción está intrínsecamente ligada a variables como la temperatura, la tasa de difusión del soluto y la barrera de energía existente entre la molécula y la superficie del adsorbente [31]. Para describir estos fenómenos, los datos experimentales se ajustan habitualmente a diversos modelos matemáticos que definen el paso limitante de la reacción.

1. Modelos de Pseudo-Primer y Pseudo-Segundo Orden

El modelo de pseudo-primer orden sugiere que la velocidad de adsorción depende de la ocupación de los sitios activos y se asocia predominantemente a procesos de adsorción física o fisisorción. Por el contrario, el modelo de pseudo-segundo orden se fundamenta en la quimisorción, asumiendo que el paso que controla la velocidad implica fuerzas de valencia mediante el intercambio o la compartición de electrones entre el adsorbente y el adsorbato. En investigaciones recientes sobre materiales avanzados como los hidróxidos dobles laminares (HDL) con quitosano, este último modelo ha demostrado ser el más preciso, obteniendo coeficientes de correlación cercanos a la unidad [30].

2. Difusión Intrapartícula y Teoría del Estado Precursor

Para elucidar si la resistencia a la transferencia de masa reside en la capa límite o en los poros del material, se aplica el modelo de difusión intrapartícula. Este análisis es crucial para identificar el mecanismo de difusión específico que domina el sistema [30]. Adicionalmente, el modelo de Kisliuk o teoría del estado precursor ofrece una perspectiva avanzada donde las moléculas entran en un estado intermedio en la interfaz antes de adsorberse, considerando que la probabilidad de adhesión depende de la proximidad a otras moléculas previamente adsorbidas. Este modelo introduce el "coeficiente de adherencia" y es proporcional a la raíz cuadrada del coeficiente de difusión [31].

3. Evaluación Estadística

La selección del modelo cinético más adecuado no debe basarse únicamente en el coeficiente, sino que requiere un análisis riguroso mediante funciones de error. Entre los métodos más utilizados se encuentran la suma de errores al cuadrado (SSE), la desviación estándar porcentual de Marquardt (MPSD) y la función de error fraccional híbrida, las cuales minimizan la discrepancia entre los valores calculados y los datos experimentales para validar la aplicabilidad del modelo [30].

2.4 Hidróxidos dobles laminares: estructura y propiedades

2.4.1 Definición y estructura interna de los HDL

Los hidróxidos dobles laminares (HDL), también denominados en la literatura científica como arcillas aniónicas o compuestos tipo hidrotalcita. Constituyen una familia de materiales laminares sintéticos formados por láminas de hidróxidos metálicos cargadas positivamente [32]. Estos compuestos se consideran análogos estructurales del mineral natural hidrotalcita, un hidroxicarbonato de magnesio y aluminio descubierto en Suecia a mediados del siglo XIX, cuya morfología se caracteriza por la formación de placas foliadas.

Desde una perspectiva cristaloquímica, la arquitectura de los HDL se fundamenta en la estructura de la brucita (Figura 2-2). En este modelo, los cationes metálicos se localizan en el centro de octaedros coordinados por seis grupos hidroxilo, los cuales comparten sus aristas para conformar láminas bidimensionales infinitas que se apilan unas sobre otras [33]. La configuración interna se define mediante la sustitución isomórfica de una fracción de los cationes divalentes por cationes trivalentes de radio iónico similar, lo que genera una carga neta positiva en la red laminar. Según la regla de Lowenstein, estos cationes trivalentes se distribuyen de manera que se minimicen las repulsiones electrostáticas mutuas.

Esta carga positiva es compensada en la zona interlaminar, un espacio complejo donde residen aniones intercambiables y moléculas de agua de cristalización conectadas mediante una red dinámica de enlaces de hidrógeno. La composición química global se describe mediante la fórmula general, donde el valor de x determina la densidad de carga laminar. Para asegurar la estabilidad y cristalinidad del material, el valor de la fracción molar suele oscilar habitualmente entre 0,2 y 0,33 [33].

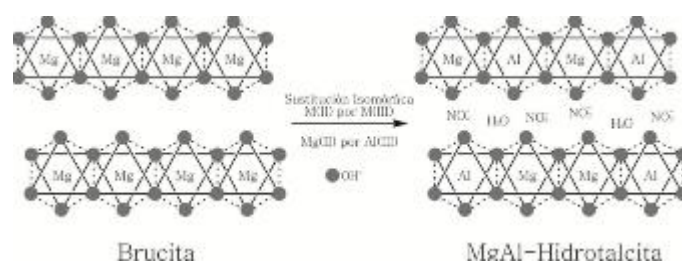


Figura 2-2. Estructura interna de la brucita e hidrotalcita [33]

2.4.2 Composición química y fórmula general

La constitución cristaloquímica de los Hidróxidos Dobles Laminares (HDL) se fundamenta en estructuras de láminas mixtas cargadas positivamente, cuya estequiometría se describe mediante la fórmula general. En esta arquitectura, los cationes metálicos divalentes (M^{2+} , como Mg^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+}) y trivalentes (M^{3+} , como Al^{3+} , o Fe^{3+}) se sitúan en el centro de unidades octaédricas coordinadas por seis grupos hidroxilo (OH^-), compartiendo aristas para conformar láminas bidimensionales infinitas [34].

La densidad de carga superficial de las láminas está estrictamente determinada por la fracción de sustitución isomórfica de los cationes divalentes por trivalentes, y es clave para garantizar la síntesis de un HDL puro y evitar la aparición de fases impuras o distorsiones estructurales [34].

El exceso de carga positiva resultante en las láminas es compensado en la región interlaminar, un espacio crítico donde residen los aniones de compensación (A^{n-}) y moléculas de agua (mH_2O). La presencia de agua de intercapa es esencial para la estabilidad del material, ya que establece una red dinámica de enlaces de hidrógeno con los aniones y los grupos hidroxilo laminares. Esta configuración estructural otorga a los HDL una elevada superficie específica y una alta capacidad de intercambio aniónico, propiedades que los posicionan como materiales funcionales de vanguardia para la adsorción y remoción selectiva de contaminantes complejos en matrices acuosas [19].

2.4.3 Propiedades físico-químicas relevantes

Los hidróxidos dobles laminares (HDL), o arcillas aniónicas, presentan características estructurales y químicas singulares que les confieren una alta versatilidad. Su relevancia radica en la posibilidad de modular sus propiedades mediante variaciones en la composición de las láminas o de los aniones interlaminares [35].

1. Capacidad de intercambio aniónico y densidad de carga

La estructura tipo brucita de los HDL desarrolla una densidad de carga positiva debido a la sustitución isomórfica de cationes divalentes (M^{2+}) por trivalentes (M^{3+}) o tetravalentes (M^{4+}). Esta carga

se compensa con aniones intercambiables en la zona interlaminar, otorgando una elevada capacidad de adsorción. La selectividad aumenta con la densidad de carga del anión, mostrando preferencia por especies multivalentes como el carbonato (CO_3^{2-}) o el sulfato (SO_4^{2-}) [36].

2. Estabilidad térmica y "Efecto Memoria"

Sometidos a calcinación (generalmente entre 300 y 700 °C), los HDL experimentan procesos de deshidratación y deshidroxilación, transformándose en óxidos mixtos homogéneos de alta estabilidad térmica y elevada área superficial. Una propiedad distintiva es el "efecto memoria", que permite la reconstrucción espontánea de la estructura laminar original cuando el óxido mixto entra en contacto con soluciones acuosas que contienen aniones [36].

3. Propiedades texturales y morfológicas

Morfológicamente, estos sólidos se presentan habitualmente como partículas en forma de hojuelas o placas de 50 a 200 nm. Tras una calcinación controlada (frecuentemente a 450 °C), desarrollan una estructura mesoporosa (poros de 2-50 nm) con cavidades en forma de rendija, lo que incrementa significativamente su superficie específica y facilita el acceso a los sitios activos en procesos de catálisis.

4. Versatilidad óptica y electrónica

La incorporación de cationes como el titanio o el estaño permite ajustar la energía de banda prohibida del material. Mientras que los HDL bimetálicos tradicionales (ej. MgAl) actúan como aislantes con elevadas energías (5.46 eV), la adición de estos metales induce propiedades semiconductoras, reduciendo la energía a valores cercanos a 4.0 eV. Esta versatilidad favorece la formación de radicales libres bajo radiación UV, optimizando su uso como fotocatalizadores.

2.5 Métodos de síntesis de hidróxidos dobles laminares

La síntesis de los HDL es un factor determinante para definir sus propiedades estructurales y su capacidad de adsorción. En la literatura técnica destacan principalmente dos enfoques: el método tradicional de co-precipitación y la técnica avanzada de síntesis hidrotermal [37].

2.5.1 Co-precipitación

La coprecipitación es el método de síntesis de hidróxidos dobles laminares más utilizado en investigación y aplicaciones prácticas, gracias a su simplicidad operativa, bajo coste y escalabilidad industrial. Este proceso implica la disolución de sales metálicas solubles de cationes (como Mg^{2+} o Al^{3+}) en agua destilada, siguiendo una relación molar fija (generalmente 2:1 a 4:1). Posteriormente, se añade forma lenta y controlada un agente básico precipitante como NaOH. El control preciso del pH en el rango de 9 a 11 es crítico, ya que permite la nucleación y crecimiento ordenado de las capas [38].

En la coprecipitación de hidróxidos dobles laminares (HDL), los mecanismos principales de formación incluyen la adsorción, la oclusión física de aniones y agua en los espacios interlaminares durante el crecimiento cristalino, y la formación de cristales mixtos que integran uniformemente cationes M^{2+} y M^{3+} en la red octaédrica. Este método resulta económico (sin requerir equipamiento especializado) y eficiente, alcanzando rendimientos superiores al 90% con buena pureza cristalina. Sin embargo, presenta limitaciones como el control limitado del tamaño de partícula, que genera agregados micrométricos no uniformes, homogeneidad composicional variable por segregación de fases si el pH o la adición no son óptimos (detectable por DRX), y contaminación por carbonatos atmosféricos que alteran la composición aniónica, lo que justifica métodos hidrotermales para aplicaciones de alta especificación.

2.5.2 Síntesis hidrotermal

La síntesis hidrotermal se ha consolidado como una alternativa altamente eficaz frente a los métodos convencionales para la obtención de hidrotalcitas (hidróxidos dobles laminares). Este enfoque permite superar las limitaciones de las técnicas tradicionales, logrando materiales con una cristalinidad

superior y una elevada pureza de fase. El proceso se fundamenta en la reacción química de precursores metálicos en un medio acuoso confinado, operando en un rango de temperaturas críticas de 100 °C a 250 °C. Al realizarse en un reactor cerrado o autoclave, se genera una presión autógena que altera las propiedades del solvente, facilitando la difusión iónica y el crecimiento controlado de las láminas cristalinas [37].

La integración de la tecnología de carbonización hidrotermal (HTC) en este contexto representa un avance significativo en la ingeniería de materiales. A diferencia de la co-precipitación simple, la HTC permite un control riguroso sobre la arquitectura porosa, control morfológico y optimización del área superficial [37].

- Arquitectura porosa: la presión y el calor sostenido favorece a la formación de una red de poros más definida y accesible, evitando el colapso de las galerías interlaminares.
- Control morfológico: el método permite obtener partículas con una distribución de tamaño más homogénea y geometrías más regulares
- Optimización del área superficial: al mejorar la dispersión de los sitios activos, se maximiza el área superficial. Esto es crucial para la captura selectiva de contaminantes.

2.6 Técnicas de activación

Los métodos de activación de los HDL son un conjunto de procesos fisicoquímicos orientados a potenciar sus propiedades, tales como su capacidad de intercambio aniónico, su área superficial y su reactividad catalítica. La técnica de activación más relevante es el tratamiento térmico, el cual induce la descomposición controlada de la estructura original para transformar las láminas de hidróxido en óxidos metálicos mixtos [32].

2.6.1 Activación química

La activación química de los HDL engloba diversas metodologías diseñadas para modular la reactividad intrínseca y las propiedades electrónicas de estos compuestos. A diferencia de la activación térmica, este proceso se basa en la modulación de los niveles energéticos y la funcionalización de la superficie activa, permitiendo de esta manera un control riguroso sobre las propiedades fisicoquímicas del material. El objetivo principal es la optimización de los mecanismos de transferencia de carga, lograda mediante la alteración controlada de la estequiometría de las láminas o la interacción con agentes químicos externos [39]. Dentro de las técnicas más relevantes destacan:

1. Fotosensibilización: Consiste en la incorporación de complejos metálicos o colorantes orgánicos que permiten al material captar fotones en la región del visible. El sensibilizador absorbe la luz y transfiere los electrones excitados a la banda de conducción del HDL.
2. Sustitución isomórfica y dopaje: La modificación de las láminas tipo brucita mediante la inclusión de metales de transición (Ni, Co, Ti) permite modular el ancho de banda óptico. Por ejemplo, la incorporación de incrementa la densidad de carga positiva, facilitando la adsorción de moléculas y mejorando la selectividad catalítica.
3. Ingeniería de la región interlaminar: La selección de los aniones intercalados (nitratos, metóxidos) determina el espaciado basal y la accesibilidad de los reactivos a los centros activos internos, siendo crucial para la estabilidad y el intercambio aniónico.

2.6.2 Activación térmica y efecto memoria

La activación térmica, o calcinación, representa un procedimiento crítico para la reconfiguración estructural de los HDL, permitiendo la optimización de sus propiedades funcionales. Este tratamiento térmico desencadena una secuencia de fenómenos endotérmicos que incluyen la deshidratación, la deshidroxilación y la degradación de los aniones interlaminares. La progresión de estas etapas está

intrínsecamente ligada a la estabilidad térmica de los componentes químicos situados en la región interlaminar del material [35].

1. Etapas de la descomposición térmica

El comportamiento estructural de los HDL durante el calentamiento se divide en tres etapas esenciales diferenciadas por los rangos de temperatura a la que se someten:

- Fase de deshidratación (25 °C – 200 °C): En esta etapa inicial, el sólido experimenta la pérdida de moléculas de agua fisisorbida (agua externa) y, posteriormente, del agua interlaminar. A pesar de la evacuación del agua, la arquitectura laminar característica del HDL persiste sin colapsar.

- Fase de colapso estructural (230 °C – 450 °C): Se produce el desprendimiento de los iones carbonato (descarbonatación) y una deshidroxilación parcial de las láminas tipo brucita. Estos eventos químicos provocan el colapso del arreglo laminar, dando lugar a materiales metaestables o fases colapsadas.

- Fase de formación de óxidos mixtos (500 °C – 900 °C): A temperaturas superiores, el material se transforma definitivamente en óxidos mixtos homogéneos con una alta dispersión de cationes y un tamaño de cristal reducido. En sistemas de Mg/Al, es característica la aparición de fases tipo periclase (MgO) y espinela ($\text{Mg}_6\text{Al}_2\text{O}_4$).

2. El "Efecto Memoria" y la reconstrucción estructural

El "efecto memoria" constituye una de las propiedades fisicoquímicas más características de los HDL sometidos a calcinación controlada (entre 300 °C y 500 °C). Esta facultad permite que los óxidos metálicos mixtos resultantes recuperen su configuración laminar y cristalinidad originales al interactuar con medios acuosos. Dicho proceso de reestructuración ocurre mediante la incorporación de moléculas de agua y aniones compensadores en el espacio interlaminar, lo que resulta determinante para la captura selectiva de contaminantes y la reciclabilidad del material en aplicaciones de remediación hídrica [35].

2.7 Técnicas de caracterización

2.7.1 Difracción de rayos X (DRX)

La difracción de rayos X (DRX) constituye en una técnica analítica esencial para la caracterización cristaloquímica de los hidróxidos dobles laminares. Está fundamentada en la Ley de Bragg y permite determinar con precisión el espaciado basal, que en estructuras tipo hidrotalcita se localiza habitualmente entre 7,59 Å y 7,69 Å (Figura 2-3).

Mientras el parámetro de red representa la distancia interatómica entre cationes, el parámetro c está condicionado por la naturaleza y grado de hidratación de los aniones interlaminares. La DRX de polvo es la metodología preferente para identificar fases mediante la comparación con patrones del ICDD (*“International Centre for Diffraction Data”*) y realizar análisis cuantitativos mediante el refinamiento Rietveld, superando así las limitaciones de solapamiento de picos. Esta técnica es crucial para verificar el "efecto memoria", confirmando la recuperación de la arquitectura laminar tras tratamientos térmicos [40].

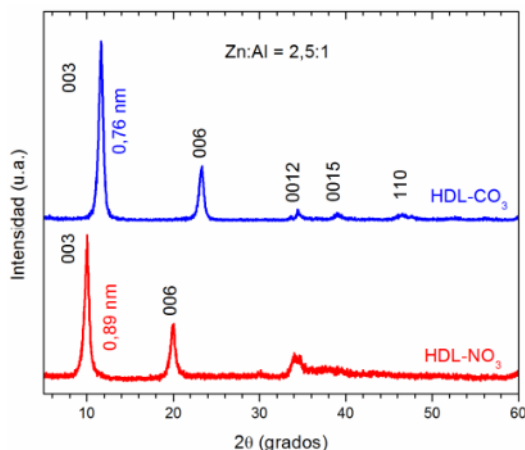


Figura 2-3. Difractogramas de rayos X de HDL con carbonato y HDL [41]

2.7.2 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopía FTIR, específicamente en su modalidad de reflectancia difusa (DRIFT), permite monitorizar la evolución estructural y química de los HDL durante el tratamiento térmico. Las bandas de absorción características identificadas son:

- Región de hidroxilos (~ 3500 y ~ 1650 cm^{-1}): correspondientes a las vibraciones de estiramiento O-H (hidroxilos estructurales y agua interlaminar) y a la deformación H-O-H de moléculas de agua fisisorbida, respectivamente.
- Señales de aniones carbonato (~ 1383 y ~ 1530 cm^{-1}): la primera asociada al modo vibracional del CO_3^{2-} libre y la segunda a su interacción específica con las láminas positivas del hidróxido.

El seguimiento de la temperatura muestra que su incremento induce a la contracción del espaciado basal (parámetro c) por deshidratación, intensificando la interacción carbonato-lámina hasta los 250 $^{\circ}\text{C}$. En este punto crítico, se produce el colapso de la arquitectura laminar. A temperaturas superiores a 500 $^{\circ}\text{C}$, la extinción de estas bandas confirma la transición de la fase hidrotalcita hacia una matriz de óxidos metálicos mixtos [42] (Figura 2-4).

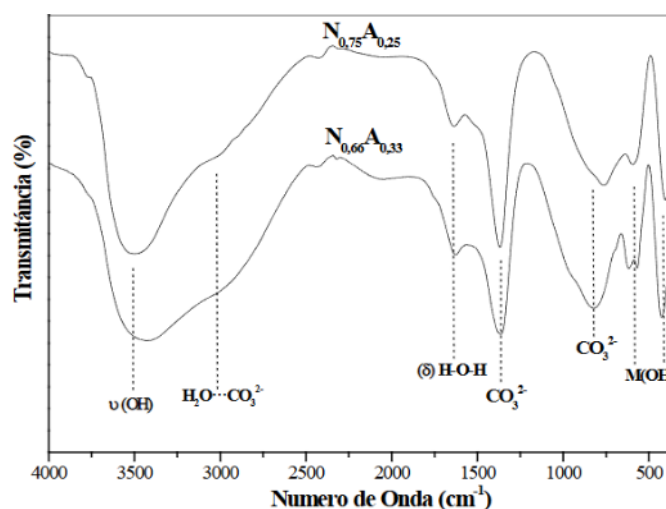


Figura 2-4. Espectros en la región del Infrarrojo medio con trasformada de Fourier de los sólidos N0,75A0,25 y N0,66A0,33. [42]

2.7.3 Área superficial y porosidad (BET)

El análisis BET (Brunauer-Emmett-Teller) es una técnica de caracterización físico-química que se basa en la fisisorción de un gas inerte, habitualmente nitrógeno, sobre la superficie de un sólido a temperaturas criogénicas. Frente a otros modelos de adsorción, la teoría BET considera la formación de multicapas moleculares sobre el sólido, lo que permite calcular con precisión el área superficial específica (m^2/g) de materiales porosos a partir de la isoterma de adsorción. Esta metodología resulta esencial para evaluar la extensión real de superficie accesible, ya que establece una relación matemática entre la presión relativa del gas y el volumen adsorbido, proporcionando así un indicador directo de la capacidad potencial de un adsorbente para interactuar con especies presentes en disolución [43].

En la investigación de hidróxidos dobles laminares, el análisis BET se utiliza no solo para medir la superficie, sino para clasificar la morfología de los poros y su volumen total mediante el complemento del método BJH (Barrett-Joyner-Halenda). Esta caracterización es crítica, ya que, la identificación de una isoterma de Tipo IV confirma la naturaleza mesoporosa del material. En términos prácticos, disponer de un área superficial elevada y una red de poros accesible explica la eficiencia en la cinética de quimisorción observada en los modelos de segundo orden; un material con mayor porosidad BET facilita la difusión de contaminantes hacia los sitios activos internos, optimizando así la velocidad de remoción del fosfato, nitrato y cobre [44].

2.7.4 Análisis térmico (TGA)

El análisis termogravimétrico (TGA) permite cuantificar la evolución de la masa de los HDL en función de la temperatura, proporcionando datos críticos sobre su estabilidad y estequiometría. La degradación térmica de sistemas binarios (ZnAl) y ternarios (ZnAlCr) se divide en tres fases, que son:

- Deshidratación (25°C - 200°C): Eliminación del agua fisisorbida y del agua interlaminar. Esta etapa es clave para determinar el grado de hidratación estructural del material.
- Deshidroxilación (230°C - 450°C): Pérdida de los grupos $-\text{OH}$ de las láminas octaédricas. La superposición de señales en esta fase refleja las distintas energías de enlace entre los hidroxilos y los cationes metálicos (Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+}).
- Descarbonatación y transición de fase ($> 500^\circ\text{C}$): Eliminación de aniones carbonato como CO_2 , lo que conlleva al colapso de la estructura laminar y la formación de óxidos mixtos estables (fases tipo espinela o periclase).

Influencia de la composición catiónica: la sustitución isomórfica altera el perfil térmico. La inclusión de metales como el Cromo (Cr^{3+}) incrementa la estabilidad térmica debido a su elevado poder polarizante. Asimismo, una mayor relación $\text{M}^{2+}/\text{M}^{3+}$ reduce la pérdida de masa total, al disminuir la densidad de carga necesaria y, por consiguiente, el contenido de aniones y agua en la región interlaminar [45].

2.7.5 Espectroscopía de emisión atómica (ICP)

La técnica ICP-OES se emplea para la determinación multielemental de alta precisión, permitiendo validar la relación estequiométrica de los cationes metálicos en los hidróxidos dobles laminares. Su capacidad de detección abarca desde porcentajes en masa hasta partes por billón (ppb). Se distinguen 3 etapas:

1. Fundamento y operación: el análisis se basa en la nebulización de la muestra líquida y su posterior excitación térmica mediante un plasma de argón. Los átomos excitados emiten radiación electromagnética característica, la cual es procesada por un sistema óptico con dispositivos de carga acoplada (CCD) para cuantificar los elementos presentes según sus espectros de emisión específicos.

2. Tratamiento de muestra y protocolo: al ser los HDL materiales sólidos, se requiere su transformación a fase líquida mediante dos rutas principales:

- Vía húmeda: digestión ácida asistida por microondas de alta presión.
- Vía seca: mineralización por fusión alcalina para la disolución total de la matriz.

Para garantizar la reproducibilidad, las muestras deben estar finamente molidas (mínimo 0,500 g) y sometidas a un secado previo a 110 °C durante 12-24 horas. Esto permite referir los resultados al peso seco del material. Cabe señalar que se trata de una técnica destructiva, dado que la muestra se consume durante el proceso de nebulización y atomización [46].

2.8 Aplicación de los HDL en procesos de adsorción

Los Hidróxidos Dobles Laminares (HDL) se han consolidado como materiales de referencia en la remediación hídrica debido a su arquitectura bidimensional, su elevada densidad de carga y una notable capacidad de intercambio aniónico. Estas propiedades, sumadas a la versatilidad de su modificación estructural, permiten el diseño de adsorbentes específicos para la remoción de una extensa gama de contaminantes orgánicos e inorgánicos en medios acuosos [47].

2.8.1 Adsorción de contaminantes orgánicos

La eliminación de contaminantes orgánicos persistentes —como colorantes, pesticidas y fármacos— representa una de las aplicaciones más críticas de los HDL en la ingeniería ambiental. Estos materiales poseen una elevada afinidad por moléculas orgánicas aniónicas, debido a la densidad de carga positiva de sus láminas y a la versatilidad de su capacidad de intercambio iónico [48].

En el ámbito de los contaminantes inorgánicos, los HDL han suscitado un interés creciente para la eliminación de arsénico y otros oxoaniones, destacando por su elevada selectividad y capacidad de retención. La eficiencia de estos sistemas está intrínsecamente ligada a la estequiometría del material, la especiación química del contaminante y los parámetros fisicoquímicos del medio, especialmente el pH y la fuerza iónica, los cuales condicionan tanto la carga superficial del adsorbente como la movilidad del analito [49].

Estos atributos consolidan a los HDL como matrices prometedoras para la remediación avanzada de recursos hídricos afectados por especies inorgánicas de alta toxicidad, permitiendo alcanzar niveles de purificación compatibles con los estándares de salud ambiental.

2.8.2 Adsorción de contaminantes inorgánicos

Los HDL presentan una alta eficiencia en el tratamiento de efluentes industriales y aguas residuales, destacando su capacidad para la eliminación de aniones tóxicos (como cromatos, nitratos y fosfatos) y metales pesados. La arquitectura de estos materiales facilita la inmovilización de dichas especies mediante una combinación de mecanismos fisicoquímicos diferenciados [50]:

- Intercambio Aniónico: sustitución de los aniones preexistentes en la región interlaminar por los contaminantes de la disolución.
- Adsorción Superficial: interacción electrostática.
- Coprecipitación y quelación: en condiciones específicas, la formación de nuevas fases sólidas o la coordinación con grupos hidroxilo permite la captura irreversible de metales pesados.

La combinación de estos mecanismos permite que los HDL actúen como adsorbentes polivalentes, logrando una reducción significativa de la carga contaminante inorgánica y cumpliendo con las normativas de vertido vigentes [49].

2.8.3 Materiales modificados y composites basados en HDL

Con el objetivo de optimizar el rendimiento adsorptivo de los HDL, se han desarrollado diversas estrategias de funcionalización y diseño de materiales compuestos. Entre las metodologías más relevantes destacan la activación térmica, la incorporación de nanopartículas metálicas y la síntesis de composites magnéticos, orientados principalmente a mitigar las dificultades de separación del adsorbente en fase acuosa [51].

Estas modificaciones estructurales derivan en un incremento del área específica, una estabilidad mecánica superior y una mejora sustancial en la cinética y selectividad de adsorción. Particularmente, los composites magnéticos han demostrado una eficiencia crítica en la captura de oxoaniones y metales pesados; su propiedad superparamagnética permite una recuperación cuantitativa del material mediante la aplicación de campos magnéticos externos, optimizando así el ciclo de vida del adsorbente [50] [51].

2.9 Estudios cinéticos aplicados a sistemas HDL

El estudio cinético de los procesos de adsorción es fundamental para comprender los mecanismos que rigen la interacción entre los contaminantes presentes en disolución y los materiales adsorbentes. En el caso de los hidróxidos dobles laminares (HDL), el análisis cinético resulta especialmente relevante debido a su estructura laminar y a la diversidad de mecanismos implicados en la adsorción de especies orgánicas e inorgánicas.

2.9.1 Importancia del estudio cinético

El estudio cinético es fundamental para determinar la velocidad de remoción y el tiempo de residencia necesario para alcanzar el equilibrio, parámetros determinantes en el diseño y escalado de sistemas de tratamiento de efluentes. En los materiales tipo HDL, este análisis permite identificar los mecanismos de transporte y retención dominantes, tales como la adsorción superficial, el intercambio aniónico y la difusión intraparticular [52].

Asimismo, la caracterización cinética permite evaluar el impacto de los tratamientos de activación. En particular, la calcinación térmica suele incrementar la velocidad de adsorción mediante el aumento del área superficial y la activación del "efecto memoria", propiedad intrínseca que facilita la reconstrucción de la fase laminar [53]. En consecuencia, el análisis cinético se consolida como una herramienta esencial para validar la eficiencia operativa y estructural de estos adsorbentes.

2.9.2 Comparación de modelos cinéticos

La interpretación de los datos experimentales en sistemas basados en HDL se fundamenta en el ajuste a modelos cinéticos teóricos, siendo los de pseudo-primer orden, pseudo-segundo orden y difusión intraparticular los de mayor relevancia académica.

- Modelo de pseudo-primer orden: Aunque es un referente inicial, suele presentar limitaciones para describir con precisión los sistemas de intercambio aniónico característicos de las arcillas sintéticas.
- Modelo de pseudo-segundo orden: Frecuentemente, este modelo proporciona un ajuste superior (R^2 más elevado), lo que sugiere que la etapa limitante del proceso es la quimisorción. Esto implica la existencia de interacciones químicas específicas, como enlaces de coordinación o fuerzas electrostáticas fuertes entre los centros activos del HDL y el adsorbato [54].
- Modelo de difusión intraparticular: Propuesto por Weber y Morris (1963), este modelo es esencial para discernir si la transferencia de masa está controlada por la difusión en los poros del material. Su análisis permite identificar si la adsorción ocurre en una etapa única o si presenta un comportamiento multietapa (difusión externa seguida de difusión intraparticular), lo cual es crítico debido a la estructura porosa y laminar de los HDL [55].

3 MATERIAL Y MÉTODOS

3.1 Preparación de hidrotalcita

3.1.1 Preparación de disoluciones

Para la obtención de la estructura de HDL (hidrotalcita), es necesario preparar una disolución que contenga un catión interlamilar; formada por nitrato de aluminio y nitrato de magnesio; y otra con aniones metálicos; formada por carbonato de sodio. Para este proceso, los materiales utilizados fueron hidróxido de sodio NaOH, ácido clorhídrico HCl, nitrato de magnesio $Mg(NO_3)_2$, nitrato de aluminio $Al(NO_3)_3$, carbonato de sodio Na_2CO_3 , vasos de precipitado, balanza analítica, matraces aforados, agitador magnético, espátula y balanza.

La primera tarea a realizar fue la preparación de la disolución con catión interlamilar, con una concentración de 0,7 mol/L y con una relación de cationes de 3:1. Para ello, los cálculos realizados han sido:

$$0,7 \frac{\text{mol}}{\text{L}} * 1\text{L} = 0,7 \text{ moles totales}$$

Sabiendo que la proporción es 3:1, se toman 0,525 moles de $Mg(NO_3)_2$ y 0,175 moles de $Al(NO_3)_3$. A continuación, se calcula las masas de cada compuesto según sus respectivos pesos moleculares.

$$0,525 \text{ moles } Mg(NO_3)_2 * 256,41 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 134,61 \text{ g } Mg(NO_3)_2$$

$$0,175 \text{ moles } Al(NO_3)_3 * 375,13 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 65,64 \text{ g } Al(NO_3)_3$$

Se observa que para la preparación de 0,525 moles de $Mg(NO_3)_2$, deben tomarse 134,61 g a los que se le añadirá 1L de agua destilada. De la misma manera, a los 0,175 moles de $Al(NO_3)_3$ le corresponden 65,64 g y un volumen total de 1L en disolución acuosa. La masa de ambos reactivos se homogeneiza en disolución, utilizando un vaso de precipitado, colocado sobre el agitador magnético a una velocidad entre 395 y 400 rpm durante aproximadamente 3 minutos.

El siguiente paso, es la preparación de la disolución de carbonato de sodio de 0,879 mol/L. Los cálculos realizados son los siguientes:

$$0,879 \frac{\text{moles } Na_2CO_3}{\text{L}} * 1\text{L} = 0,879 \text{ moles } Na_2CO_3$$

$$0,879 \text{ moles } Na_2CO_3 * 106 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 93,2 \text{ g } Na_2CO_3$$

El tercer paso consiste en la creación de la disolución de hidróxido de sodio de 1 mol/L, que se utilizará para ajustar el pH entre $10,0 \pm 0,2$ durante el proceso de mezclado. Los cálculos para su preparación son los siguientes:

$$1 \frac{\text{mol NaOH}}{\text{L}} * 0,25\text{L} = 0,25 \text{ moles NaOH}$$

$$0,25 \text{ moles NaOH} * 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 10 \text{ g NaOH}$$

De la misma manera se procede a realizar una disolución de HCl con el mismo objetivo, ajustar el pH entre $10,0 \pm 0,2$ durante el proceso de mezclado. Los cálculos realizados son:

$$1 \frac{\text{mol HCl}}{\text{L}} * 0,25\text{L} = 0,25 \text{ moles HCl}$$

$$0,25 \text{ moles HCl} * 36,46 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 9,115 \text{ g HCl}$$

Los 0,25 moles de NaOH se corresponden con los 10 g, a los que posteriormente se le añaden 250 ml de agua destilada para formar la disolución. También se necesitó el agitador magnético a 700 rpm durante aproximadamente 10 minutos, consiguiendo la homogeneidad de la mezcla.

Del mismo modo los 0,25 moles de HCl se corresponden con los 9,115 g, a los que se le añaden 250 ml de agua destilada para crear la disolución. Se utiliza el agitador magnético a 450 rpm durante 5 minutos aproximadamente, lográndose la homogeneidad de la mezcla.

3.1.2 Formación de hidrotalcita por coprecipitación

Los materiales necesarios en esta etapa se indican a continuación: 2 pinzas metálicas, 2 buretas, 1 vaso de precipitado de 2L, agua destilada, pHmetro, agitador magnético, barra agitadora, vidrios de reloj, varilla, estufa, equipo de filtración (matraz Kitasato, embudo Büchner, una trompa de vacío y filtro) y parafilm.

Para la formación de la estructura tridimensional de la hidrotalcita, es necesario realizar un proceso de goteo de los cationes de manera lenta, con una velocidad recomendada de 1ml/min. A la vez que se produce el goteo, se mantiene una agitación constante a 400 rpm y ajusto continuo del pH entre un valor de 9,8 y 10,2 (pH-metro modelo EdgePH de la empresa HANNA, Figura 3-2).

La disolución de carbonato de sodio creada anteriormente, se coloca sobre el agitador magnético junto a una barra magnética en su interior, con la finalidad de obtener una buena homogeneización de las respectivas disoluciones. La disposición del montaje ve mostrada en la figura siguiente (Figura 3-1):



Figura 3-1 Montaje para la preparación de la disolución [Autoría propia]



Figura 3-2 pHmetro EdgePH (HANNA) [Autoría propia]

Finalizado el goteo de las disoluciones, la mezcla se deja reposando 24 horas, para que se produzca el ordenamiento de la estructura laminar. La disolución, durante el periodo de las 24 horas, se mantiene cubierta con el parafilm para evitar contaminación del exterior y su buena conservación.

Tras el proceso de reposo, se vuelve a tomar la disolución y se coloca sobre el agitador magnético con una barra magnética en su interior y se ajusta el valor de pH a 8,5, utilizando la disolución de HCL, con el objetivo de eliminar los iones de hidroxilo del HDL. A continuación, se separa la HDL sintetizada por medio de un equipo de filtración (el matraz Kitasato, embudo Büchner, trompa de vacío y filtro) para la obtención del HDL (Figura 3-3):



Figura 3-3 Sistema de filtrado [Autoría propia]

3.1.3 Formación de hidrotalcita por reactor hidrotermal

En este proceso se realiza la formación de la hidrotalcita mediante el uso de 3 reactores hidrotermales. Las disoluciones se emplean en las mismas concentraciones que para la síntesis por coprecipitación para permitir la comparación de ambos métodos. La capacidad de los reactores hidrotermales es de 100 ml por lo que se preparan 3 disoluciones de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ y Na_2CO_3 en un vaso de precipitado de 100 ml de capacidad, siendo las cantidades de dichas disoluciones de 25 ml cada una. En cada uno de los reactores se introduce la mezcla homogénea de las 3 disoluciones anteriores, con sus respectivas proporciones (Figura 3-4).

La mezcla de las tres disoluciones se introduce a 160 °C durante 24 horas. Finalizado el tiempo de reacción se sacan los reactores y se dejan reposar otras 24 horas.

Tras dejar reposar las 3 tandas durante 24 horas, se procede al ajuste del valor de pH, filtrado y secado, de forma similar al procedimiento descrito para el método de coprecipitado, para obtener la hidrotalcita.



Figura 3-4 Reactores hidrotermales preparados con las disoluciones [Autoría propia]

3.1.4 Formación de hidrotalcita por autoclave

Para la formación de hidrotalcita por medio del autoclave se necesita un recipiente de 1L de capacidad. En él se verterá en 3 partes iguales de 200 ml cada disolución de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ y Na_2CO_3 . Luego se utiliza el agitador magnético y una barra magnética, que se introduce en el recipiente.

De forma continua se agita la disolución a una velocidad de 400 rpm durante 5 minutos aproximadamente para conseguir una disolución completamente homogénea.

Una vez conseguida la disolución en su estado óptimo se introduce dentro del autoclave y se programa a una temperatura de 134 °C, una presión de 2,5 bar y un tiempo de reacción dentro del autoclave durante 24 horas. A continuación, se dejará reposar otras 24 horas más. Tras el reposo, se procede a filtrar, como en los procesos anteriores de formación de hidrotalcita, por medio del sistema de filtrado (Figura 3-5).



Figura 3-5 Disolución dentro del autoclave [Autoría propia]



Figura 3-6 Autoclave trabajando a temperatura y presión [Autoría propia]

3.2 Procesos de acondicionamiento de las HDL obtenidas

La etapa posterior de la investigación comprende el fraccionamiento del sólido sintetizado en tres muestras de masa equivalente, con el objetivo de someterlas a distintos protocolos de acondicionamiento y activación. Este procedimiento permitirá evaluar de forma comparativa el rendimiento de la hidrotalcita (HDL) obtenido en cada método de síntesis, sentando las bases para la caracterización físico-química de las muestras y el desarrollo subsiguiente de un estudio cinético de adsorción frente a analitos de naturaleza orgánica e inorgánica.



Figura 3-7 3 muestras iguales de cada proceso de formación de hidrotalcita, con sus respectivos pesos [Autoría propia]

3.2.1 Secado

Durante la etapa de secado, las alícuotas obtenidas mediante los tres métodos de síntesis (coprecipitación, síntesis hidrotérmica y autoclave) se sometieron a un tratamiento térmico en estufa. El procedimiento consistió en el acondicionamiento de las muestras a una temperatura isoterma de 105 °C durante un periodo de 24 horas, asegurando así la eliminación de la humedad remanente y la estabilización del sólido antes de su posterior análisis (Figura 3-8).



Figura 3-8 Muestras de HDL tras el secado [Autoría propia]

3.2.2 Calcinado

La etapa de calcinación se llevó a cabo mediante el tratamiento térmico de las tres muestras seleccionadas en un horno de mufla. El protocolo consistió en someter el material a una temperatura isoterma de 600 °C durante un periodo de 2 horas, asegurando la descomposición térmica controlada de los precursores. Tras finalizar el ciclo de calentamiento, las muestras se mantuvieron en reposo durante 24 horas para permitir su enfriamiento gradual y la estabilización de las fases sólidas resultantes antes de su posterior manipulación (Figura 3-9).



Figura 3-9 Muestras en la mufla para el calcinado [Autoría propia]

3.2.3 Baño de ultrasonido

El tratamiento por ultrasonidos se estructuró en dos etapas secuenciales bien definidas. En la fase inicial de activación, las muestras se sometieron a un proceso de cavitación ultrasónica en un baño termostatzado a 80 °C durante un periodo continuo de 5 horas de acuerdo al procedimiento de homogeneización y desaglomeración. Posteriormente, se procedió a una etapa de estabilización térmica mediante un segundo ciclo de secado, en el cual las muestras permanecieron en estufa a una temperatura isoterma de 100 °C durante un intervalo de 16 horas, asegurando así la completa eliminación de la fase líquida y la fijación de las propiedades del material (Figura 3-10).



Figura 3-10 Muestras en el baño de ultrasonido [Autoría propia]

3.3 Estudio de adsorción

Esta fase de la investigación se orientó a la evaluación de la capacidad adsortiva del hidróxido doble laminar (HDL) sintetizado, analizando su eficiencia en la remoción de diversos analitos de interés ambiental. Se seleccionaron como compuestos de estudio el fosfato (PO_4^{3-}), el nitrato (NO_3^-) y el cobre (Cu^{2+}), todos ellos preparados en disoluciones patrón con una concentración inicial de 10 mg/L.

La determinación cuantitativa de las concentraciones remanentes se llevó a cabo mediante espectrofotometría de absorción, empleando un fotómetro multiparamétrico HANNA (serie HI833XX). El protocolo analítico consistió en el uso de cubetas específicas de la instrumentación para medir la

concentración final de cada especie en solución, permitiendo así determinar por diferencia el porcentaje de eliminación y la capacidad de retención del material adsorbente.

3.3.1 Preparación de disoluciones

La preparación de las disoluciones patrón de fosfato, nitrato y cobre con una concentración nominal de 10 mg/L se llevó a cabo mediante el cálculo estequiométrico de los precursores correspondientes. En el caso específico del anión fosfato (PO_4^{3-}) se pesaron 7,17 mg de dihidrógeno fosfato de potasio (KH_2PO_4) anhidro. El reactivo se transfirió a un matraz aforado de 500 ml, completando el volumen con agua destilada. Para garantizar la homogeneización completa del soluto, la mezcla se sometió a agitación magnética constante a una velocidad de 400 rpm durante un intervalo de 5 minutos, empleando una barra magnética de teflón. Los cálculos realizados para la disolución de fosfato son los siguientes:

$$10 \frac{mg}{L} * 0,5 L = 5 mg PO_4^{3-}$$

$$\frac{136,09 \frac{g}{mol} KH_2PO_4}{94,97 \frac{g}{mol} PO_4^{3-}} = 1,433$$

$$5 mg PO_4^{3-} * 1,433 = 7,17 mg KH_2PO_4$$

De la misma manera se prepara la disolución de nitrato, con la misma concentración de 10 mg/L. Se toman 8,15 mg de KNO_3 , y se añade en un matraz, situado sobre la agitadora magnética con una barra magnética durante aproximadamente 5 minutos a 400 rpm, con 500 ml de agua destilada. Los cálculos para preparar la disolución son los siguientes:

$$10 \frac{mg}{L} * 0,5 L = 5 mg NO_3^-$$

$$\frac{101,10 \frac{g}{mol} KNO_3}{62,00 \frac{g}{mol} NO_3^-} = 1,63$$

$$5 mg NO_3^- * 1,63 = 8,15 mg KNO_3$$

Siguiendo con el mismo procedimiento se procede a preparar la disolución de cobre de igual concentración, 10 mg/L. Se toma una cantidad de 19,65 mg de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ y se le añade 500 ml de agua destilada en el matraz que está situado sobre la agitadora magnética con la barra magnética. Se agita aproximadamente 5 minutos a una velocidad de 400 rpm para que la disolución sea uniforme. Los cálculos para esta disolución al igual que las anteriores son:

$$10 \frac{mg}{L} * 0,5 L = 5 mg Cu^{2+}$$

$$\frac{249,68 \frac{g}{mol} CuSO_4 \cdot 5H_2O}{63,55 \frac{g}{mol} Cu^{2+}} = 3,93$$

$$5 mg Cu^{2+} * 3,93 = 19,65 mg CuSO_4 \cdot 5H_2O$$

3.3.2 Adsorción de material

En esta etapa experimental, se procedió a la determinación de la capacidad de remoción del hidróxido doble laminar (HDL) frente a los analitos previamente preparados. El protocolo de ensayos en lotes consistió en la disposición de series de alícuotas de 25 ml para cada una de las disoluciones

patrón (PO_4^{3-} , NO_3^- y Cu^{2+}), totalizando 27 unidades experimentales. A cada alícuota se le adicionó una dosificación de 0,125 mg de los diferentes sólidos obtenidos mediante las rutas de síntesis descritas anteriormente.

La evaluación de la eficiencia de adsorción se realizó mediante cuantificación fotométrica utilizando el fotómetro multiparamétrico, permitiendo determinar la concentración residual de cada contaminante. En la Figura 3-11, se ilustra la disposición de las 9 muestras correspondientes al sistema de fosfatos, siguiendo un procedimiento idéntico para las series de nitratos y cobre:



Figura 3-11 9 muestras de fosfato 10 mg/L con 0,125 mg de HDL [Autoría propia]

Una vez constituidos los sistemas binarios (25 ml de disolución de PO_4^{3-} y 0,125 mg de adsorbente), los matraces se sometieron a una etapa de contacto bajo agitación mecánica a una velocidad constante de 200 rpm durante 20 minutos. Finalizado el tiempo de equilibrio, se extrajeron muestras de 10 ml de cada sobrenadante para su posterior análisis cuantitativo.

La determinación de la concentración de fosfato se realizó mediante el método colorimétrico programado en el fotómetro multiparamétrico, siguiendo el protocolo de blanco y lectura:

1. Calibración del blanco: Se introdujo una cubeta con 10 ml de la muestra sin reactivos para realizar el ajuste de línea base o "cero" del equipo.
2. Desarrollo del complejo colorimétrico: Tras la calibración, la muestra se trató secuencialmente con 10 gotas del reactivo A (agente quelante/estabilizante) y el contenido de un sobre del reactivo B (agente reductor/indicador). La mezcla se agitó hasta alcanzar una perfecta homogeneización.
3. Cuantificación: Tras un periodo de inducción de 5 minutos (cronometrado por el sistema), se procedió a la lectura de la absorbancia. El equipo transformó dicha señal en un valor de concentración residual, permitiendo calcular por diferencia la capacidad de remoción de la hidrotalcita sintetizada.



Figura 3-12 Fotómetro multiparamétrico [Autoría propia]

De manera análoga, se procedió a la cuantificación de la concentración residual de nitrato (NO_3^-) tras el proceso de contacto. Tras la etapa de agitación mecánica (20 minutos a 200 rpm), se extrajo una alícuota de 10 ml mediante el uso de una pipeta volumétrica para garantizar la precisión del volumen analizado.

El protocolo de determinación espectrofotométrica se ajustó a las especificaciones del método para nitratos:

1. Calibración de la línea base: Se realizó el ajuste a cero del fotómetro empleando la muestra como blanco.
2. Reacción colorimétrica: Una vez calibrado el equipo, se adicionó el reactivo sólido específico para nitratos a la cubeta, procediendo a su agitación manual hasta alcanzar una homogeneización completa.
3. Lectura y cuantificación: La cubeta tratada se reintrodujo en el equipo, activando el temporizador para un periodo de inducción de 4 minutos y 30 segundos. Transcurrido este tiempo de reacción, el dispositivo proporcionó la lectura de concentración, permitiendo evaluar la eficiencia de remoción del anión por parte de la hidrotalcita.

Finalmente, se determinó la concentración remanente de cobre (Cu^{2+}) siguiendo un protocolo de cuantificación mediante espectrofotometría de adsorción. Tras la etapa de equilibrio bajo agitación, se tomó una alícuota de 10 ml y se transfirió a la cubeta de análisis para establecer la línea base (cero) en el fotómetro multiparamétrico. Posteriormente, se adicionó el reactivo específico para cobre, homogeneizando la muestra para favorecer la formación del complejo coloreado. La cubeta se reintrodujo en el equipo, donde tras un periodo de inducción de 45 segundos, se registró el valor de concentración final. Este dato permitió establecer la comparativa de la capacidad adsorptiva del HDL frente a cationes metálicos en contraste con los aniones analizados previamente.

3.3.3 Análisis de la pérdida de eficacia de adsorción

Tras el análisis comparativo de los resultados experimentales, se determinó que la ruta de síntesis mediante reactor hidrotermal seguida de secado térmico proporciona los materiales con mayor capacidad de adsorción. Con el fin de validar la reproducibilidad y robustez de dicho adsorbente, se diseñó una etapa de verificación consistente en cinco ciclos o tandas experimentales independientes. Para ello, se prepararon alícuotas de 12 ml de las disoluciones patrón de PO_4^{3-} , NO_3^- , Cu^{2+} a una concentración de 10 mg/L. Este procedimiento sistemático tiene como objetivo demostrar de manera estadística la efectividad del hidróxido doble laminar (HDL) sintetizado, aplicando los protocolos analíticos y de cuantificación fotométrica previamente descritos.

3.4 Análisis térmico

Esta etapa de la investigación se centró en la caracterización térmica de las tres muestras en las que se le aplicó el secado a las disoluciones de PO_4^{3-} , NO_3^- , Cu^{2+} . Para este análisis, se empleará un analizador termogravimétrico (TGA) Labsys Evo (Figura 3-13):

1. Preparación de la muestra: Se utilizó un crisol cilíndrico de alúmina, en el cual se pesaron muestras normalizadas para asegurar la reproducibilidad. Para la muestra obtenida por coprecipitación y secado, se dosificó una masa de 119,4 mg. El crisol se posicionó sobre la plataforma del sensor de pesada y se procedió al cierre hermético de la cámara de reacción mediante el sistema automatizado del equipo.
2. Configuración del software y atmósfera de ensayo: A través del software de control, se introdujeron los parámetros críticos: masa exacta de la hidrotalcita, rampa de calentamiento, ciclo de enfriamiento y flujo de gas. El análisis se llevó a cabo bajo una atmósfera inerte de nitrógeno (N_2) para evitar procesos de oxidación no deseados.
3. Sistema de refrigeración y seguridad: Como medida de control térmico, se programó el flujo de agua de refrigeración con un margen de seguridad de 10 minutos respecto al tiempo total de ensayo (duración total de 2 h 40 min). El sistema de refrigeración se estabilizó a una presión de 1 bar antes de iniciar el programa térmico y la adquisición de datos.

De manera complementaria, se procedió al análisis de las muestras sintetizadas mediante reactor hidrotermal y baño de ultrasonidos. Para ambos casos, se estandarizó la masa de ensayo en 120 mg, empleando nuevamente el crisol de alúmina para garantizar la uniformidad en la transferencia de calor y la sensibilidad de la balanza térmica. Estas muestras fueron sometidas al mismo ciclo programado en el analizador Labsys Evo, manteniendo la atmósfera inerte de nitrógeno y los protocolos de refrigeración previamente descritos. Este procedimiento comparativo permite evaluar cómo los diferentes métodos de síntesis influyen en la estabilidad térmica y en las etapas de deshidratación y descarbonatación características de las hidrotalcitas.



Figura 3-13 Analizador termogravimétrico [Autoría propia]

3.5 Estudio cinético

En esta fase de la investigación, se procedió a evaluar la cinética de adsorción de las hidrotalcitas sintetizadas (hidróxidos dobles laminares) frente a tres analitos específicos: fosfato, nitrato y cobre. El objetivo principal fue determinar la capacidad de retención del material en función del tiempo y establecer el modelo matemático que mejor describe el mecanismo de transferencia de masa.

3.5.1 Procedimiento experimental

Se prepararon tres disoluciones acuosas sintéticas con una concentración inicial (C_0) de 10 mg/L para cada contaminante. Para cada ensayo, se empleó un volumen de 100 ml de disolución, al cual se le adicionó una dosificación de adsorbente de 0,5 g de hidrotalcita.

La mezcla se sometió a agitación mecánica constante a 200 rpm durante un periodo total de 20 minutos. Con el fin de monitorizar la evolución del proceso, se procedió a la toma de alícuotas de 10 ml en intervalos temporales predefinidos: 2, 4, 6, 10, 16 y 20 minutos.

3.5.2 Análisis de muestra y cuantificación

Tras la extracción de cada muestra, se separó el sólido del líquido para proceder a la medición de las concentraciones residuales. La determinación de la concentración final (C_f) se realizó mediante fotometría multiparamétrica, siguiendo estrictamente los protocolos normalizados para cada especie iónica. La capacidad de adsorción en cada instante se calculó mediante la ecuación de balance de masa

3.5.3 Modelización matemática

Los datos experimentales obtenidos fueron procesados mediante software de cálculo (Excel) para el análisis de las líneas de tendencia y el ajuste por regresión lineal y no lineal. Se evaluó el ajuste de los datos a los siguientes modelos cinéticos (Figura 3-14)

- Pseudo-primer orden.
- Pseudo-segundo orden.
- Modelo de Chien-Clayton.
- Difusión intraparticular (Weber y Morris).
- Modelo de Bangham.

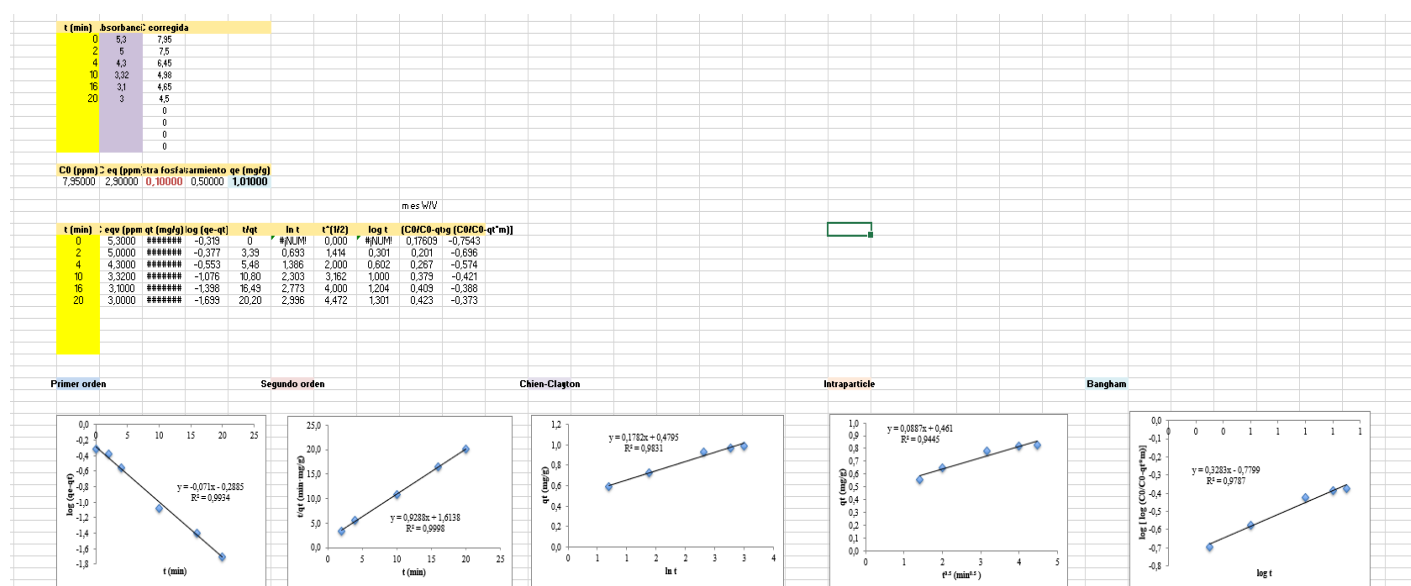


Figura 3-14 Excel de líneas de tendencia de los métodos

3.6 Diagrama

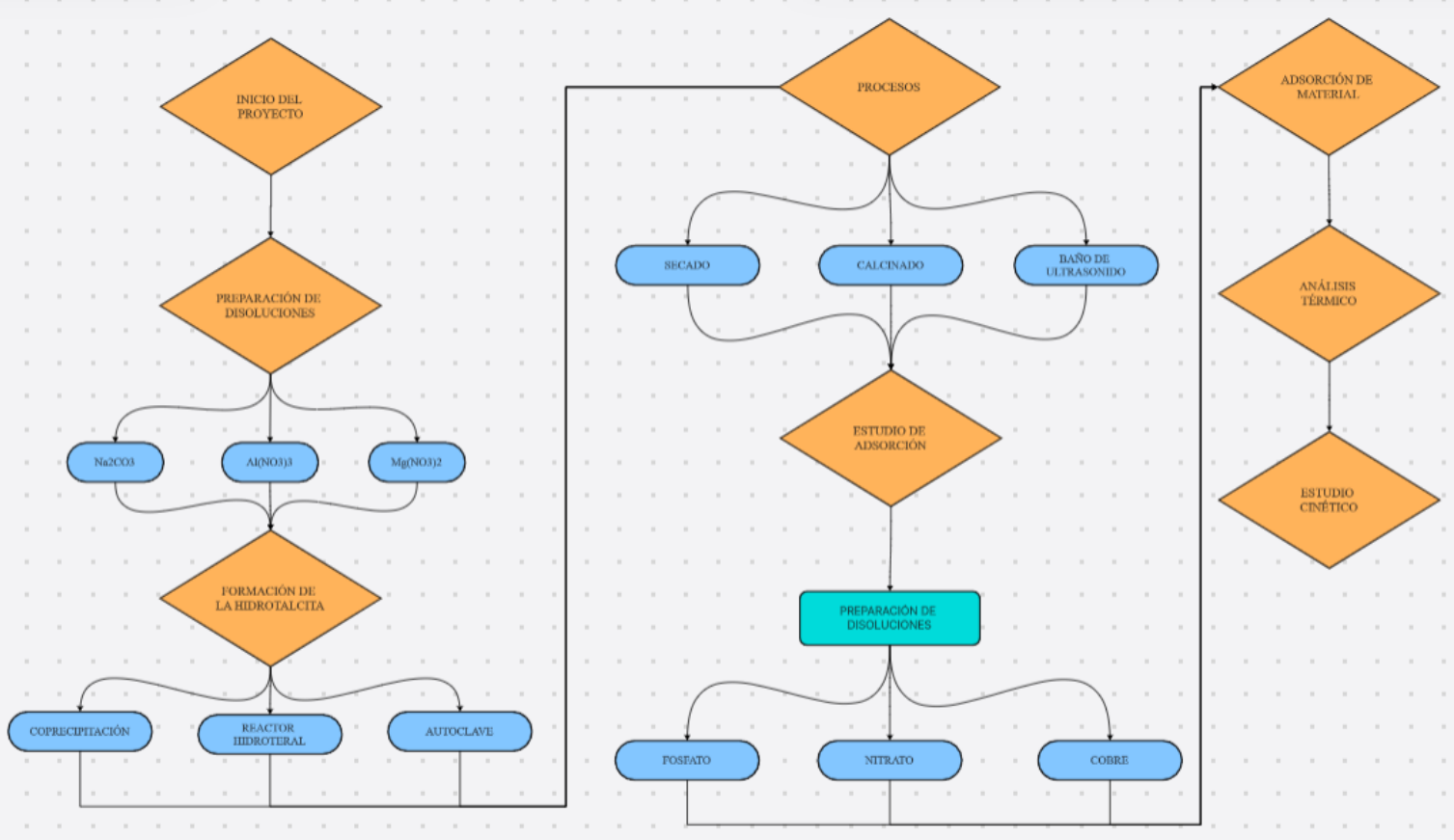


Figura 3-15 Diagrama proceso del proyecto

4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Resultados y discusión

En este capítulo se presentan y discuten los resultados obtenidos tras la síntesis y caracterización de los hidróxidos dobles laminares (HDL), así como su comportamiento en los ensayos de eliminación de contaminantes. En primer lugar, se analiza la integridad estructural y la estabilidad térmica de las muestras preparadas por coprecipitación, síntesis hidrotermal y en autoclave, empleando técnicas de difracción de rayos X (DRX), espectroscopía FTIR y análisis termogravimétrico (TGA). A continuación, se evalúa la eficacia de estos materiales como adsorbentes frente a fosfatos, nitratos y cobre, contrastando los resultados experimentales con los modelos cinéticos descritos en el estado del arte. El análisis de estas propiedades permite valorar la idoneidad de las rutas de síntesis empleadas y el potencial de los materiales obtenidos para su aplicación en el tratamiento de aguas contaminadas.

4.1.1 Formación de la hidrotalcita

Para la formación de la hidrotalcita, se emplearon tres métodos diferentes con el fin de explorar el método de síntesis que produce mejor HDL. En las tablas que se muestran a continuación, se muestran las cantidades de HDL obtenidas con los diferentes procesos.

Formación hidrotalcita	Coprecipitación	Reactor hidrotermal	Autoclave	TOTAL
Cantidad (gr)	60,2517	15,2651	30,3621	105,8789

Tabla 4-1 Cantidades de hidrotalcita obtenida en cada proceso

Como se puede observar en la Tabla 4-1, se muestran las cantidades obtenidas de hidrotalcita al finalizar los tres procesos y su filtrado correspondiente. Debido a la cantidad aplicada en cada proceso vemos que la gran diferencia se da en el proceso de coprecipitación, donde se obtiene una cantidad de 60,2517 gr, ya utilizamos una disolución de un 1L (más cantidad que en el reactor hidrotermal).

4.1.2 Evolución de la hidrotalcita

Una vez conseguida toda la cantidad de HDL de cada uno de los procesos de formación de hidrotalcita, se realizan tres procesos de activación por los que se obtiene la hidrotalcita sólida y seca. Esos métodos son el secado, el calcinado y el baño de ultrasonido. Se muestran a continuación los resultados obtenidos tras la realización de éstos (Tabla 4-2, Tabla 4-3 y Tabla 4-4).

	Original	Secado	Diferencia
Coprecipitación	20,1601 g	2,4737 g	17,6864 g
Reactor hidrotermal	5,0117g	3,0168 g	1,9949 g
Autoclave	10,1093 g	2,0253 g	8,084 g

Tabla 4-2 Tabla de pesos antes y después del secado

	Original	Calcinado	Diferencia
Coprecipitación	20 ,0786 g	2,0595 g	18,0191 g
Reactor hidrotermal	5,0545 g	1,5222 g	3,5325 g
Autoclave	10,1439 g	1,4527 g	8,617 g

Tabla 4-3 Muestras antes y después del calcinado

	Original	Baño ultrasonido + Secado	Diferencia
Coprecipitación	20,0127 g	2,8822 g	17,1305 g
Reactor hidrotermal	5,1989 g	2,2343 g	2,9643 g
Autoclave	10,1089 g	1,9690 g	8,1399 g

Tabla 4-4 Muestras antes y después del baño de ultrasonido y secado

En la tabla presentada anteriormente, se detalla la evolución de la masa de las muestras de hidrotalcita sintetizada antes y después del tratamiento térmico de secado. Este análisis es crucial para cuantificar el contenido de humedad y disolvente retenido en la estructura tras las etapas de coprecipitación y síntesis por vía hidrotermal y autoclave.

- Muestra obtenida por coprecipitación: Se observa la mayor variación de masa, partiendo de un sólido bruto de 20,1601 g que, tras el secado, se reduce a 2,4737 g. Esta disminución es de 87,7%.
- Muestra vía reactor hidrotermal: Partiendo de una masa inicial de 5,0117 g, se obtuvo un sólido final de 3,0168 g, lo que representa una reducción del 39,8%.
- Muestra vía autoclave: El proceso iniciado con 10,1093 g resultó en una masa seca de 2,0253 g, implicando una reducción del 70,9%.

En el caso de la coprecipitación no se obtiene como producto resultante un sólido más esponjoso y es debido a la gran retención de agua tanto en el espacio interlaminar como en los poros interparticulares. El secado finalmente elimina toda esa agua líquida no estructural dando como resultado un rendimiento sólido real bajo respecto al volumen inicial. Siguiendo con el reactor hidrotermal, este proceso favorece al crecimiento cristalino ordenado, por ello los cristales internos son más grandes y compactos, desplazando de manera natural el agua sobrante. Por ello, el precipitado que se filtra, inicialmente es más sólido, lo que explica que al secarlo pierde una cantidad menos de masa en comparación con los otros dos procesos de formación de hidrotalcita. Finalmente, por vía autoclave, se ve como la temperatura ayuda a la definición de la estructura de la hidrotalcita, pero no llega a ser perfecta, porque realmente se generan microcristales que retienen cierta cantidad de agua en su interior, y por la misma razón tras el filtrado se ve que no es un precipitado tan sólido como el obtenido en el reactor hidrotermal pero tampoco tan esponjoso como la coprecipitación.

Según [53], la coprecipitación a baja temperatura y presión atmosférica genera sales con estructuras abiertas y un alto grado de desorden creando geles que atrapan grandes cantidades de agua en red porosa. Con estos resultados se corrobora que la coprecipitación se produce ese gel muy hidratado en lugar de cristales bien formados. Al secar, el colapso de esta red capilar provoca esa pérdida de masa masiva. Siguiendo con el artículo [56], demuestra que el tratamiento hidrotermal acelera la maduración de Ostwald, donde los cristales pequeños se disuelven para formar cristales más grandes y densos. Los datos obtenidos confirman que el reactor hidrotermal favorece a la formación de esta estructura más compacta. Al haber menos espacio entre las láminas, el sólido retiene menos agua. Esto explica el motivo de por qué es el mejor adsorbente.

Para la etapa del calcinado, los resultados mostrados en la tabla muestran una pérdida más significativa que en el secado. En este proceso, ya no solo se da una eliminación del agua libre, sino que también hay una transformación más profunda en la estructura de la hidrotalcita. En esta fase hay una etapa de mayor estrés térmico para el hidróxido doble laminar, lo cual está relacionado con la deshidroxilación y la descarbonatación de la estructura laminar.

- Muestra obtenida por coprecipitación: se parte de una muestra original de 20,0786 g y se termina obteniendo una cantidad de 2,05595 g, suponiendo una reducción de masa del 89,7%.
- Muestra vía reactor hidrotermal: de una masa inicial de 5,0545 g, se retienen 1,522 g tras el tratamiento térmico, produciéndose una reducción de 69,8% de masa original.
- Muestra vía autoclave: el proceso se inicia con una cantidad inicial de 10,1439 g y se termina reduciendo un 85,7%, resultando 1,4527 g de muestra final.

Iniciando por la coprecipitación, hay una pérdida crítica de sólido es debida a que el sólido es rico en grupos hidroxilo (-OH) y en moléculas de agua. Una vez que se calcina la muestra inicial, los grupos hidroxilo se van liberando en forma de vapor de agua, añadiéndole la liberación de dióxido de carbono proveniente del Na_2CO_3 . Esta gran diferencia de cantidades nos demuestra que la estructura inicial del sólido es muy abierta y poco densa. Volcándonos en vía reactor hidrotermal, la pérdida de masa sigue siendo significativa pero no al mismo nivel que la coprecipitación. Al igual que en el secado, al realizar el proceso por reactor hidrotermal, se consigue una cristalización más robusta de la hidrotalcita. La estructura está mejor definida, hay una menos cantidad de agua retenida, el material es más estable y resistente a la descomposición química. Por último, por vía autoclave, la pérdida se asemeja bastante a la de la coprecipitación. Aunque se hay tratado térmicamente, el sólido mantenía una gran cantidad de agua dentro de su red, por ello la calcinación hace que la estructura se queda más compacta y más deshidratada.

La muestra de coprecipitación perdió un 87,9% de su masa original. Como indica [57], los hidróxidos dobles laminares obtenidos por coprecipitación sin envejecimiento prolongado contienen una cantidad de agua y carbonatos retenidos. Esta pérdida de casi el 90% sugiere que el material original era un gel muy desorganizado. La calcinación no solo eliminó el agua, sino que también desechó el CO_2 de los carbonatos y los grupos hidroxilo. La escasa masa final confirma que la densidad de fase sólida real era mínima. Por el reactor hidrotermal se pierde un 69,8%. Aunque la reducción es alta, significativamente menor que el resto de los procesos. Según [58], los HDL hidrotermales tienen cristales más grandes con mejor estructura, lo que produce una reducción en los espacios libres que ocupaba el agua. Esto demuestra según nuestros resultados que el método de presión y temperatura favorece una formación más eficiente. En términos de producción significa que el método hidrotermal es mucho más rentable.

Siguiendo con el baño de ultrasonido seguido del secado, hay que mencionar que es una técnica no solo de mezcla, sino que de homogeneización y dispersión energética. La cavitación ultrasónica afecta de manera directa a la formación del hidróxido y a la capacidad de éste de retener líquido. El baño de ultrasonido anterior al secado tiene como principal objetivo la desaglomeración de las partículas y

mejorar la homogeneidad del sólido. Al analizar las muestras tras el secado, se observan unas reducciones significativas en la cantidad de las muestras.

- Muestra obtenida por coprecipitación: se parte de una muestra original de 20,0127 g y se termina obteniendo una cantidad de 2,8822 g, suponiendo una reducción de masa del 85,6%.
- Muestra vía reactor hidrotermal: de una masa inicial de 5,1989 g, se retienen 2,2343 g tras el tratamiento térmico, produciéndose una reducción de 57% de masa original.
- Muestra vía autoclave: el proceso se inicia con una cantidad inicial de 10,1089 g y se termina reduciendo un 80,5%, resultando 1,9690 g de muestra final.

Comenzando por la coprecipitación, el ultrasonido ayuda a la ruptura de estructuras, facilitándose así la liberación de agua en el interior de la estructura tras el secado. Esto explica el por qué partiendo de una gran cantidad de masa, el rendimiento del sólido final es bajo, ya que el ultrasonido solo hace que el proceso de eliminación de humedad sea más eficiente. Pasando al reactor hidrotermal, se vuelve a ver como es el método donde hay mayor estabilidad en cuanto a masa. La síntesis hidrotermal produce unos cristales mucho más definidos y compactos haciendo que el baño de ultrasonido actúe solo sobre la capa superficial del sólido sin alterar la estructura interna. Esa reducción del 57% demuestra que el material retiene poca agua. Para finalizar, contamos con el autoclave, donde su gran reducción de masa (80,5%) es producida ya que la energía acústica permite que el agua sea más fácilmente liberada, porque se encuentra una cantidad de agua considerable dentro de la red de la hidrotalcita.

Por coprecipitación se perdió un 85,6% de masa. Siendo una pérdida alta, es ligeramente menor a la que se obtuvo en el secado y en el calcinado. Según [59], la sonicación ayuda a romper los agregados de gel hidróxido que se forma de la coprecipitación simple. Esto permite que el sólido se empaque de una forma más eficiente reteniendo así menos agua. Sin embargo, esta pérdida de masa tan masiva confirma que el método de coprecipitación a baja temperatura genera un material con una superficie con mucha retención de agua, la cual se pierde casi por completo al eliminar la humedad. Con el reactor hidrotermal se reduce un 57%. Con trabajos como [60], sugieren que la combinación de síntesis hidrotermal y ultrasonido mejora la homogeneidad de tamaño de partícula. La pérdida de ese 57% es el mejor dato de rendimiento que se ha obtenido en comparación con los otros tratamientos térmicos. Esto indica que la energía del ultrasonido ha ayudado a limpiar la superficie de cristal del reactor hidrotermal sin modificar la estructura interna. Es el método que más mas adsorbente útil deja por cada gramo de síntesis lo que le convierte en el proceso más eficiente de este estudio.

4.1.3 Resultados adsorción del material

En esta etapa del proyecto se ha demostrado la capacidad y la efectividad de adsorción que muestra nuestro hidróxido doble laminar frente a diferentes materiales como lo son el fosfato, el nitrato y el cobre. Tras realizar las 27 muestras y agitar cada una durante 20 minutos y hacerle el estudio de la concentración para ver la cantidad de concentración que reduce nuestra hidrotalcita se han obtenido los siguientes resultados, mostrados en las tablas siguientes:

Coprecipitación Secado	Coprecipitación Calcinado	Coprecipitación Ultrasonido
3,4 mg/L	3,2 mg/L	3,1 mg/L
Autoclave Secado	Autoclave Calcinado	Autoclave Ultrasonido
1,1 mg/L	1,3 mg/L	1,2 mg/L
Reactor hidrotermal Secado	Reactor hidrotermal Calcinado	Reactor hidrotermal Ultrasonido
0,5 mg/L	5,3 mg/L	2,7 mg/L

Tabla 4-5 Concentraciones de fosfato para cada método y proceso

Coprecipitación Secado	Coprecipitación Calcinado	Coprecipitación Ultrasonido
3,0 mg/L	3,0 mg/L	2,8 mg/L
Autoclave Secado	Autoclave Calcinado	Autoclave Ultrasonido
2,4 mg/L	2,2 mg/L	2,9 mg/L
Reactor hidrotermal Secado	Reactor hidrotermal Calcinado	Reactor hidrotermal Ultrasonido
2,1 mg/L	2,3 mg/L	2,6 mg/L

Tabla 4-6 Concentraciones de nitrato para cada método y proceso

Coprecipitación Secado	Coprecipitación Calcinado	Coprecipitación Ultrasonido
2,1 mg/L	2,1 mg/L	1,73 mg/L
Autoclave Secado	Autoclave Calcinado	Autoclave Ultrasonido
4,4 mg/L	4,3 mg/L	2,9 mg/L
Reactor hidrotermal Secado	Reactor hidrotermal Calcinado	Reactor hidrotermal Ultrasonido
1,6 mg/L	2,6 mg/L	3,2 mg/L

Tabla 4-7 Concentraciones de cobre para cada método y proceso

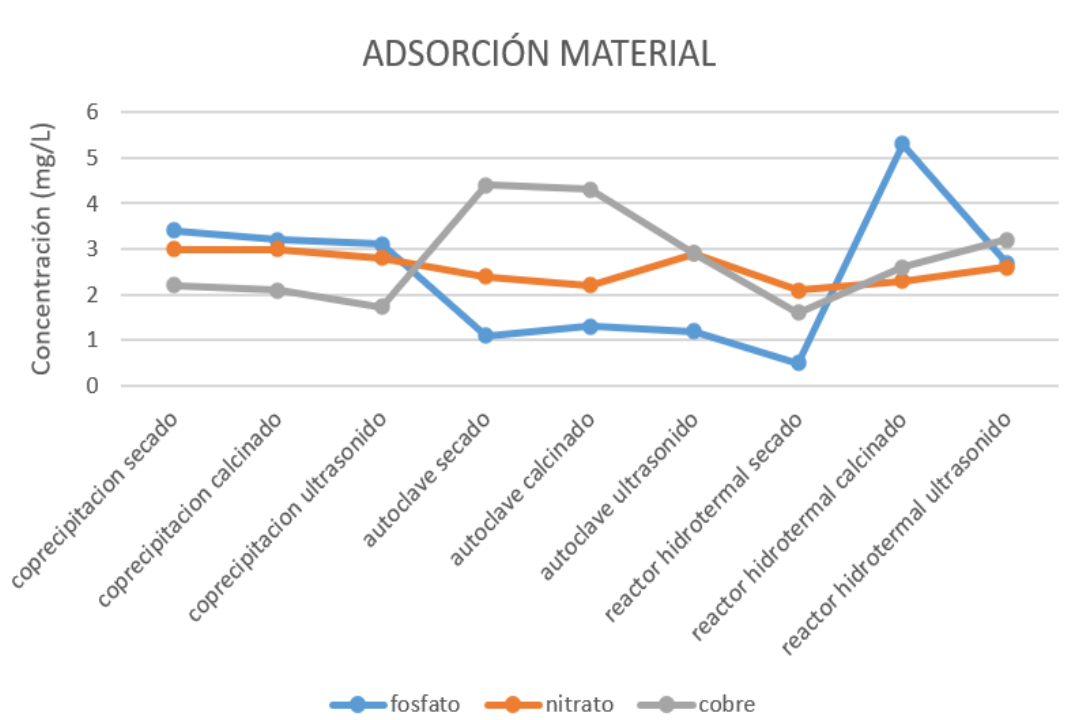


Figura 4-1 Adsorción del material según el proceso y método

La Tabla 4-5 muestra los resultados de los ensayos de adsorción del fosfato por nuestro hidróxido doble laminar, partiendo de una concentración inicial, sin tratar, de 5,8 mg/L. Nos centramos inicialmente en los resultados obtenidos por el método de coprecipitación donde se muestra que es el menos eficiente de los tres. En este método los valores oscilan entre 3,1 y 3,4 mg/L, lo que supone una reducción entre 45-47%. Esto se debe a que la coprecipitación no crea sólidos tan ordenados. A menor organización estructural la densidad de carga superficial es menor, lo que limita la capacidad de intercambio del fosfato en comparación con los métodos que emplean temperatura y presión como lo son el reactor hidrotermal y el autoclave. Siguiendo con el método del autoclave, se muestra un rendimiento más estable y consistente, ya que sus valores oscilan entre 1,1 y 1,3 mg/L, porque se reduce en un 80% la concentración inicial. Estos resultados obtenidos se deben a la estructura obtenida tras el método donde se consigue una estructura más robusta y menos sensible al tratamiento térmico,

manteniendo así de esta manera la porosidad. Finalmente, el método por reactor hidrotermal. El uso de este método seguido del secado muestra la máxima eficiencia, obteniéndose un valor de 0,5 mg/L, reduciendo así un 91,4% de la concentración inicial. Esto nos muestra que hay una alta cristalinidad lograda en el reactor y optimiza los sitios activos para captar el fosfato. A la vez se muestra una anomalía en el calcinado, ya que el resultado obtenido es de 5,3 mg/L, es decir, una adsorción prácticamente nula. Esto podría deberse a que una calcinación en exceso en una estructura ya densa puede cerrar poros impidiendo que el fosfato penetre y que el “efecto memoria” actúe de manera eficiente.

Antes de la discusión de los resultados obtenidos por el nitrato, hay que recalcar que este anión presenta una afinidad menos que el fosfato por la estructura de la hidrotalcita. Mientras el fosfato muestra una carga elevada y de mayor densidad, el nitrato es un anión de menor carga, provocando dificultad de intercambio en las galerías del material.

En la Tabla 4-6 se observan los resultados de los ensayos de adsorción del nitrato por la hidrotalcita, partiendo de una concentración inicial de 3,7 mg/L. A diferencia de los resultados obtenidos por el fosfato, el nitrato muestra una mayor oposición al intercambio, obteniendo unos resultados más moderados. Partiendo del método de coprecipitación, sigue con la tendencia de ser el método con menor capacidad de remoción. Los valores se mantienen constantes entre 2,8 y 3,0 mg/L. La mayor reducción se da tras el baño de ultrasonido con un porcentaje de 24,3% y se puede volver a confirmar que la baja cristalinidad de la coprecipitación no es suficiente para competir en los escasos lugares de intercambio que ofrece el nitrato en solución acuosa. Siguiendo por el método del autoclave, presenta unos mejores resultados, sobre todo tras el tratamiento térmico. Se obtiene un resultado de 2,2 mg/L, prácticamente igual a mejor resultado de 2,1 mg/L del reactor hidrotermal. Además, se muestra un ligero deterioro en la adsorción con el tratamiento de ultrasonido, 2,9 mg/L. Este se podría deber a la dispersión excesiva de las láminas y no favorece al atrapamiento de un anión de baja carga como es el nitrato. Finalmente, vamos con el método del reactor hidrotermal, donde se observa que vuelve a ser el método más efectivo para el tratamiento. Se muestra de nuevo como tras el secado se produce la mayor efectividad, obteniéndose un resultado de 2,1 mg/L, reduciéndose un 43,2%. Si nos fijamos en la muestra de calcinado, no se visualiza la caída de eficiencia debida a la temperatura como es en el fosfato y es esto debido a que la estructura calcinada permite una mejor rehidratación para captar nitratos que para captar fosfatos.

Para el análisis del cobre, entramos en un escenario distinto a los anteriores. A diferencia del fosfato y el nitrato, el cobre es un catión, por lo que su mecanismo de eliminación no suele ser el intercambio aniónico en las galerías, sino la adsorción superficial o la precipitación en forma de hidróxidos sobre la superficie de la hidrotalcita.

En la Tabla 4-7, se muestran los resultados de los ensayos de la adsorción del cobre por nuestro hidróxido doble laminar, partiendo de 7,4 mg/L. El estudio del comportamiento de la hidrotalcita frente a cationes metálicos como el cobre se muestra una remoción notable. Comenzando por el método de coprecipitación donde se muestra un rendimiento superior al observado con los aniones. Se observa tanto para el secado como para el calcinado el mismo valor, de 2,1 mg/L y especialmente 1,73 mg/L con el ultrasonido, aproximadamente 76,6% de remoción. Estos valores se deben a la estructura de la hidrotalcita que se muestra desordenada y porosa de la coprecipitación, y ofrecen una mayor cantidad de grupos hidroxilo expuestos, facilitando así la compleja adsorción del catión. Siguiendo con el método por autoclave. Los valores oscilan entre 2,9 y 4,4 mg/L, aunque con el tratamiento de ultrasonido mejora significativamente. Para el cobre, este método sigue siendo el menos eficaz, posiblemente debido a una menor afinidad química de los agregados formados en autoclave. Por último, el método por reactor hidrotermal, presenta de nuevo el mejor rendimiento. En el tratamiento de secado se alcanza la concentración residual más baja con 1,6 mg/L, lo que equivale a una remoción del 78,4%. Al igual que con el fosfato y en el nitrato, la estructura cristalina obtenida en el reactor ofrece los sitios de adsorción más estables.

Como conclusión en este proyecto se muestra el uso de hidróxidos dobles laminares como adsorbentes eficaces para el tratamiento de aguas contaminadas. Se considera el método por reactor hidrotermal con secado convencional como la ruta de síntesis óptima por su excelente equilibrio entre la capacidad de descontaminación y lo más importante, estabilidad estructural.

La capacidad de adsorción del fosfato como se muestra en los resultados es de un 91,4%, reduciendo la concentración hasta 0,5 mg/L. Este valor es significativamente inferior al encontrado en otros estudios que emplean únicamente la coprecipitación simple, donde las eficiencias suelen ser más discretas si no se aplican tratamientos térmicos más drásticos. Según [61] la alta afinidad por el anión del fosfato se debe a la elevada densidad de carga de las láminas de Mg-Al, lo que facilita el intercambio aniónico en las galerías. En el caso de cobre, la remoción es de un 78,4% y se alinea con los mecanismos de quimisorción y formación de complejos superficiales con los grupos hidroxilo de la estructura como se ve en [62].

4.1.4 Eficiencia de la hidrotalcita

Tras los resultados obtenidos anteriormente, se lleva a cabo un estudio de eficiencia dividido en cinco tandas experimentales. Para este análisis, se seleccionaron las muestras que presentaron mejores propiedades estructurales y de rendimiento en los procesos de reactor hidrotermal, coprecipitación y autoclave. Las muestras fueron sometidas a ensayos de contacto con disoluciones de fosfato, nitrato y cobre, para así evaluar la capacidad de remoción de la hidrotalcita bajo unas condiciones constantes. El promedio de estas cinco tandas proporciona una base para determinar cuál de los métodos de síntesis y tratamientos posteriores (calcinado, secado o ultrasonido) optimiza la interacción del sólido con los contaminantes. Los resultados de las cinco tandas son los siguientes:

	Fosfato (5,8 mg/L)	Nitrato (3,7 mg/L)	Cobre (7,4 mg/L)
1ª Tanda	3,8 mg/L	2,58 mg/L	5 mg/L
2ª Tanda	3 mg/L	2,4 mg/L	2,45 mg/L
3ª Tanda	3,1 mg/L	2,3 mg/L	2,37 mg/L
4ª Tanda	2,8 mg/L	2,2 mg/L	4,2 mg/L
5ª Tanda	2,7 mg/L	2,3 mg/L	2,4 mg/L

Tabla 4-8 Resultados de las tandas para ver la eficacia de la hidrotalcita

Después de una evaluación de la mejor muestra seleccionada de los procesos de síntesis, los resultados de las cinco tandas muestran una tendencia de estabilización del material, aunque con diferencia según la naturaleza química del contaminante (nitrato, cobre, fosfato).

En el caso del fosfato, que parte de una concentración inicial de 5,8 mg/L sin ser tratado, se observa que tienen una estabilización progresiva. Hay un descenso gradual desde los 3,8 mg/L de la primera tanda hasta los 2,7 mg/L en la última tanda. Esta mejora de capacidad de adsorción a lo largo de las tandas sugiere una activación progresiva de los sitios activos. Probablemente el contacto repetido con la disolución favorezca la rehidratación completa de la estructura mediante el efecto memoria, optimizando así el intercambio aniónico del fosfato. Siguiendo con el nitrato, que inicia con una concentración de 3,7 mg/L, se puede decir que tiene una alta reproducibilidad. Los resultados obtenidos son los que muestran una mayor constancia, manteniendo valores entre 2,58 mg/L y 2,2 mg/L. La baja variabilidad es indicativa de que el mecanismo de adsorción del nitrato es bastante rápido y a la vez saturante en los sitios disponibles de forma homogénea. Por culpa de ser un anión con menos afinidad, no depende tanto de la reestructuración del material sino de un intercambio más sencillo y directo. Por último, está el cobre, donde muestra una concentración inicial de 7,4 mg/L. Los resultados obtenidos, muestran fluctuaciones superficiales. Presenta la mayor oscilación de resultados con picos de 5 y 4,2 mg/L

intercalados con valores óptimos de 2,4 mg/L. Las fluctuaciones pueden atribuirse a que su eliminación depende de la adsorción superficial. Este proceso es más sensible a pequeñas variaciones de pH o a la saturación de los grupos hidroxilo en tandas consecutivas si el material no se regenera correctamente.

En definitiva, estos datos confirman que el material mantiene una actividad adsorbente significativa durante múltiples ciclos. La tendencia del fosfato a mejorar su rendimiento sugiere que el material gana eficiencia tras un periodo de “acomodamiento” en un medio acuoso.

A continuación, se muestra una gráfica donde se reflejan los tres materiales frente a su adsorción, donde en el eje X se muestran las tandas de la 1 a la 5 y en el eje Y los valores de las concentraciones (Figura 4-2).

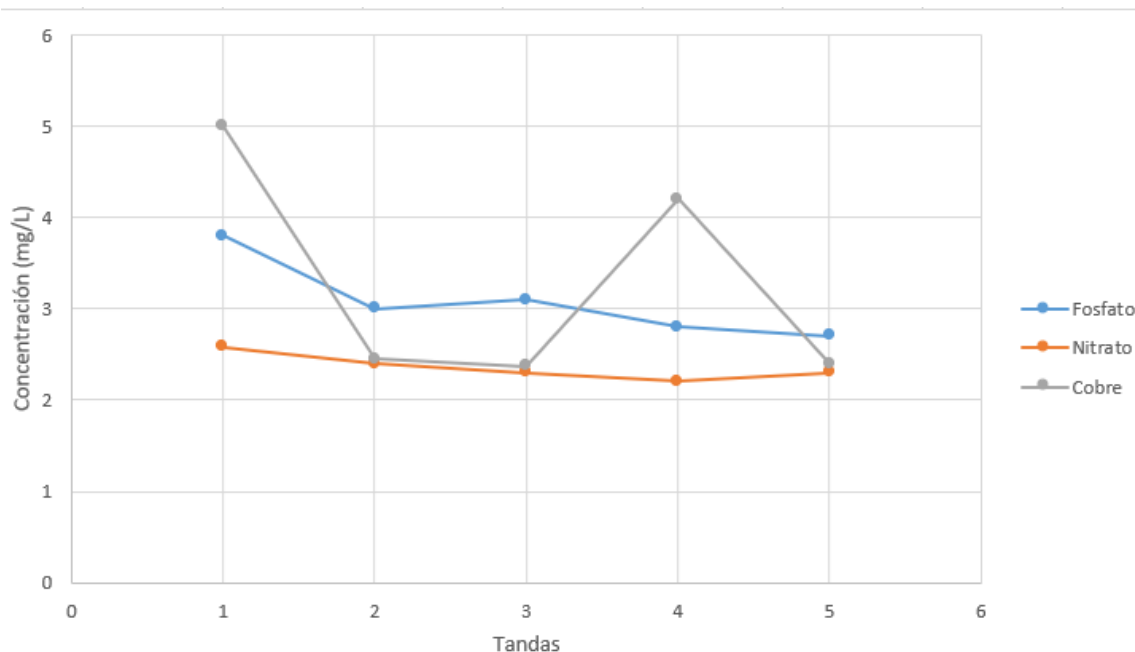


Figura 4-2 Comparación 3 compuestos frente a la adsorción de la hidrotalcita

El mantenimiento de la capacidad adsorptiva durante las cinco tandas refuerza la existencia del “efecto memoria”. Este fenómeno, mostrado en [63], sugiere que el material no solo es estable, sino que además su estructura puede reordenarse y activarse en contacto con el medio acuoso, optimizando así la captura de contaminantes en ciclos sucesivos. Estudios como el de [64], muestra que muchos adsorbente convencionales pierden entre un 20 y 30% de su capacidad tras el tercer ciclo debido a la saturación de sitios activos o la degradación del material. En este caso la hidrotalcita permite que la estructura se hidrate y se active continuamente en medio acuoso, manteniendo las galerías interlaminares abiertas para el intercambio aniónico.

4.1.5 Resultados del análisis térmico

Para discutir el análisis térmico, nos debemos centrar en las etapas de pérdida de masa que caracterizan a los hidróxidos doble laminares. En esta etapa se dan tres fases, que son eliminación del agua adsorbida, deshidroxilación de las láminas y descarbonatación del espacio interlaminares.

En este proceso se permite la evaluación de la estabilidad térmica y las transformaciones de las muestras obtenidas por coprecipitación, reactor hidrotermal y autoclave. En las curvas mostradas a continuación para el mejor proceso, el secado, se identifican tres distinguidas fases térmicas principales que confirman la estructura de la hidrotalcita.

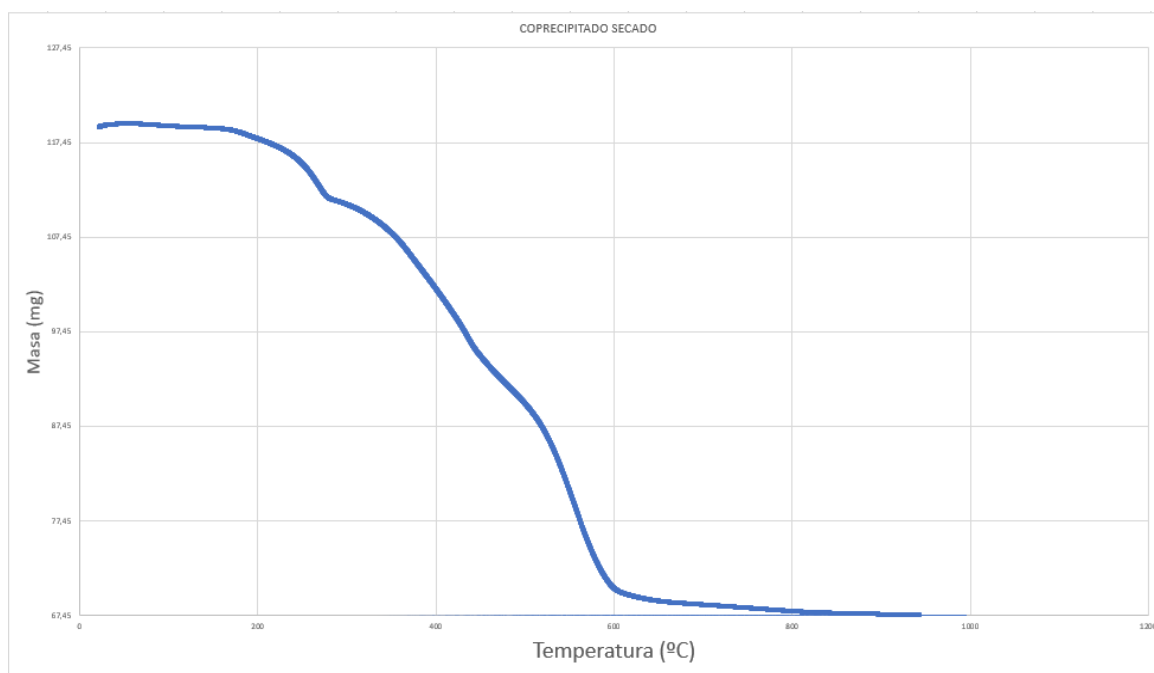


Figura 4-3 Pérdida de masa frente a temperatura Coprecipitado secado

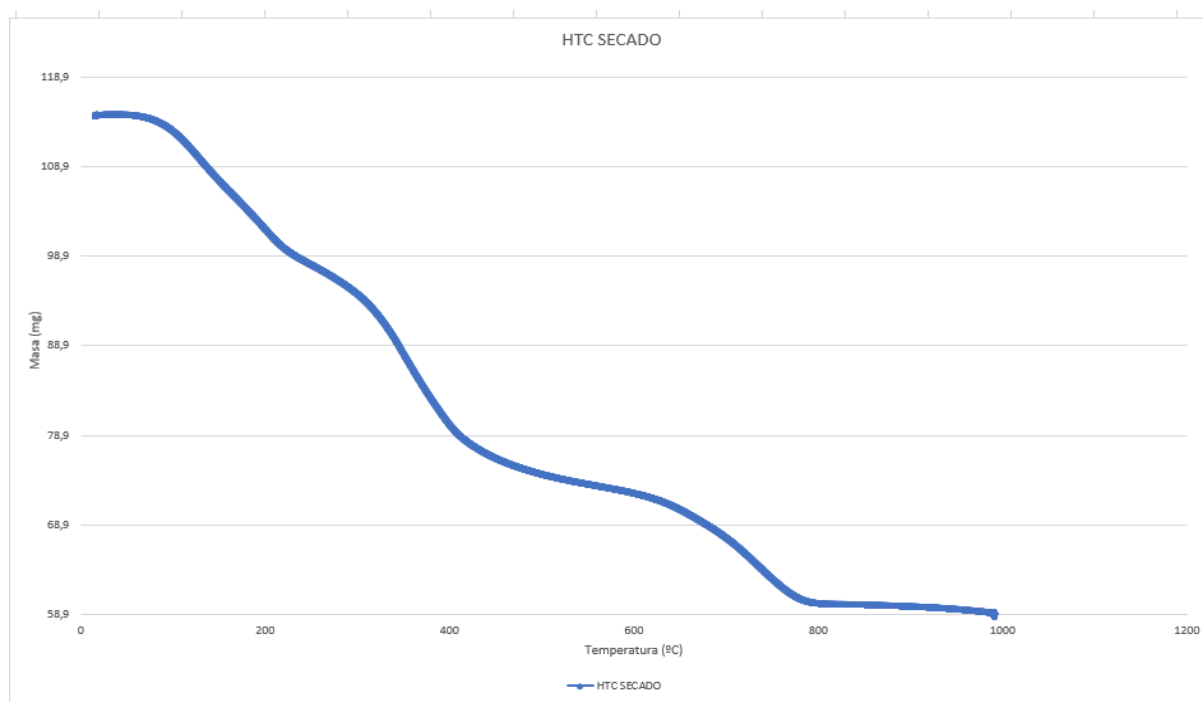


Figura 4-4 Pérdida de masa frente a temperatura HTC secado

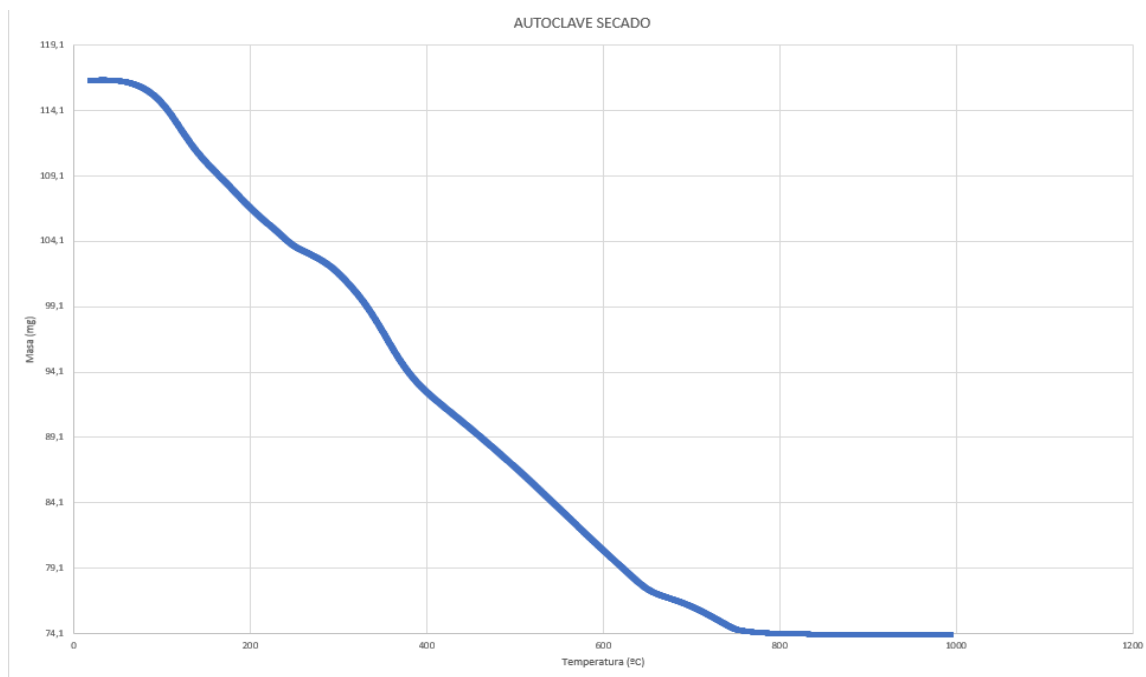


Figura 4-5 Pérdida de masa frente a temperatura Autoclave secado

El análisis térmico de las muestras obtenidas mediante coprecipitación, reactor hidrotermal y autoclave permite identificar las etapas de descomposición características de los hidróxidos dobles laminares (HDL) y comparar su estabilidad estructural. A partir de las curvas de pérdida de masa se establece una jerarquía clara: la muestra procedente del reactor hidrotermal presenta la menor pérdida de masa total y una curva más suave, lo que indica una estructura altamente cristalina y compacta, en la que se requiere mayor energía para romper los enlaces de la red. La muestra sintetizada en autoclave muestra un comportamiento intermedio, con picos de descomposición bien definidos que apuntan a una formación laminar correcta, aunque con una red ligeramente más porosa. En cambio, el sólido obtenido por coprecipitación registra la mayor pérdida de masa, reflejando un material más desordenado y con elevada retención de especies volátiles (agua y carbonatos), que se liberan a temperaturas relativamente bajas.

El perfil de la derivada de la pérdida de masa (DTG) permite distinguir tres etapas comunes en los tres materiales. En primer lugar, la deshidratación (aproximadamente 25–200 °C), asociada a la eliminación de agua, donde la muestra del coprecipitado presenta el pico más intenso, coherente con su carácter más hidratado, mientras que la HTC muestra una pérdida mínima, en línea con la expulsión de agua durante la síntesis bajo presión. A continuación, la deshidroxilación (200–400 °C), vinculada a la condensación de los grupos hidroxilo de las láminas tipo brucita y la formación de óxidos mixtos, se manifiesta mediante picos muy nítidos en las muestras obtenidas en autoclave y reactor, considerados una huella de buena cristalinidad. Finalmente, la descarbonatación (>400 °C), correspondiente a la salida de los aniones carbonato como CO₂ desde el espacio interlaminar, aparece más gradual y controlada en la muestra hidrotermal, lo que sugiere una integración y estabilización más efectiva de los carbonatos en la red cristalina.

La comparativa térmica refuerza los resultados de adsorción: la muestra de reactor hidrotermal no solo es la más eficiente captando fosfatos (0,5 mg/L), sino que es la más resistente térmicamente. Esta robustez estructural es lo que permite que el material mantenga sus sitios activos disponibles incluso tras procesos de secado, sin colapsar, a diferencia de la muestra de coprecipitación que es térmicamente más lábil.

El análisis térmico realizado mediante TGA confirmó que la muestra de reactor hidrotermal posee una mayor estabilidad frente a la deshidroxilación que la muestra obtenida por coprecipitación. Esta observación coincide con los criterios de [53], quienes asocian perfiles de pérdida de masa más graduales

con una mayor cristalinidad. El hecho de que a muestra de reactor hidrotermal tenga una pérdida de masa menos abrupta que la coprecipitación en la segunda etapa sugiere que el ordenamiento de los grupos hidroxilo y los aniones en las galerías interlaminares es mayor. Esto coincide con los resultados de [56], donde se señala que el tratamiento hidrotermal favorece la formación de cristales de mayor tamaño y menor cantidad de defectos estructurales, lo que retrasa la descomposición térmica.

4.1.6 Resultados del estudio cinético

En la Tabla 4-9 se sintetizan los parámetros cinéticos obtenidos tras el ajuste experimental. Esta comparativa permite observar el comportamiento de la hidrotalcita frente al fosfato, nitrato y cobre, facilitando la identificación del modelo que mejor describe la velocidad de adsorción en cada caso.

Modelo cinético	Parámetros cinéticos	Fosfato	Nitrato	Cobre
Primer orden	q_e exp (mg/g)	0,460	0,840	1,010
	q_e calc (mg/g)	0,41	0,391	0,515
	K_1 (1/min)	0,147	0,184	0,163
	r^2	0,972	0,9996	0,993
Segundo orden	q_e exp (mg/g)	0,460	0,840	1,010
	q_e calc (mg/g)	0,544	0,884	1,070
	K_2 (1/min)	0,876	0,873	0,535
	r^2	0,98	0,9998	0,9998
Chien-Clayton	α	0,244	6,457	2,629
	β	8,372	8,249	5,613
	r^2	0,937	0,989	0,983
Intrapartícula	K_p	0,087	-0,140	0,130
	C	0,066	1,252	0,450
	r^2	0,891	0,528	0,932
Bangham	α	0,511	0,254	0,328
	k_0	0,012	0,023	0,021
	r^2	0,883	0,986	0,979

Tabla 4-9 Resultados de cada modelo cinético

A continuación, se presentan las representaciones gráficas de los modelos cinéticos evaluados para el fosfato. En las Figuras 4-6, 4-7, 4-8, 4-9, 4-10 siguientes se muestran los ajustes experimentales mediante sus respectivas líneas de tendencia, permitiendo una evaluación visual de la correspondencia entre los datos obtenidos y las ecuaciones de cada modelo:

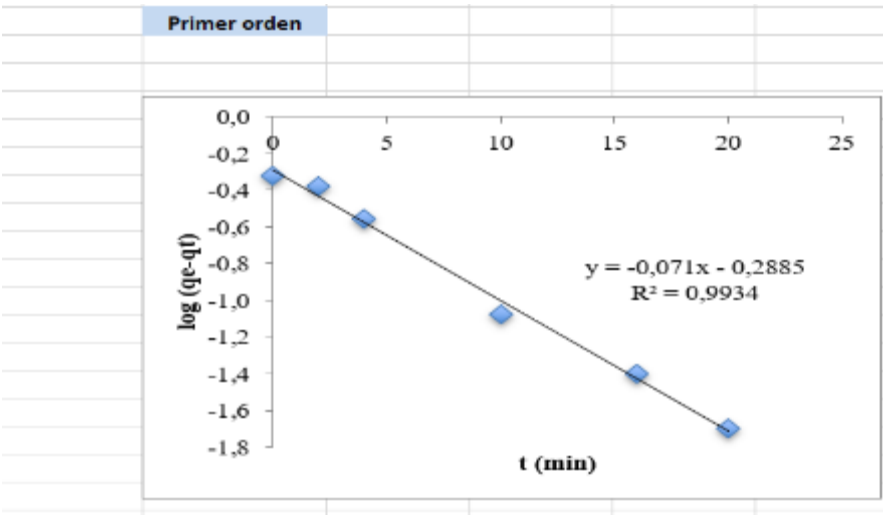


Figura 4-6 Modelo de primer orden fosfato

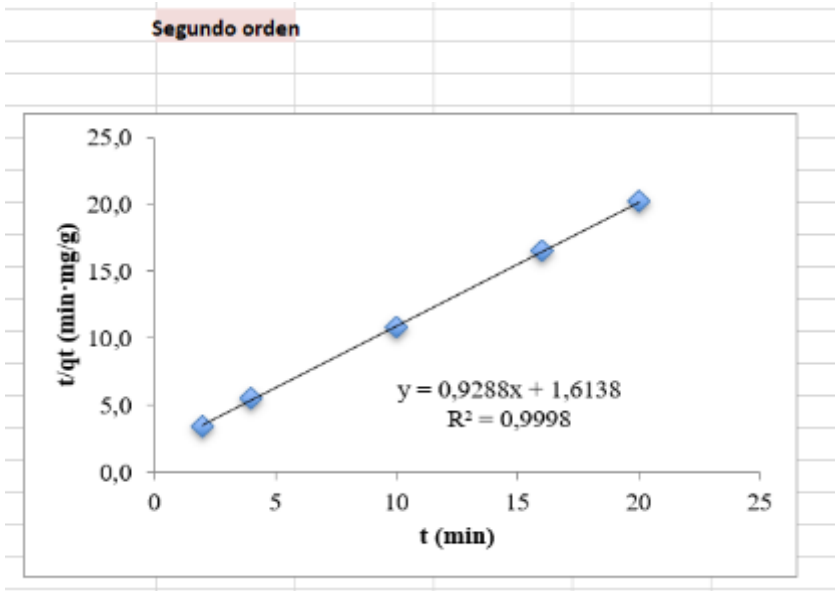


Figura 4-7 Modelo de segundo orden fosfato

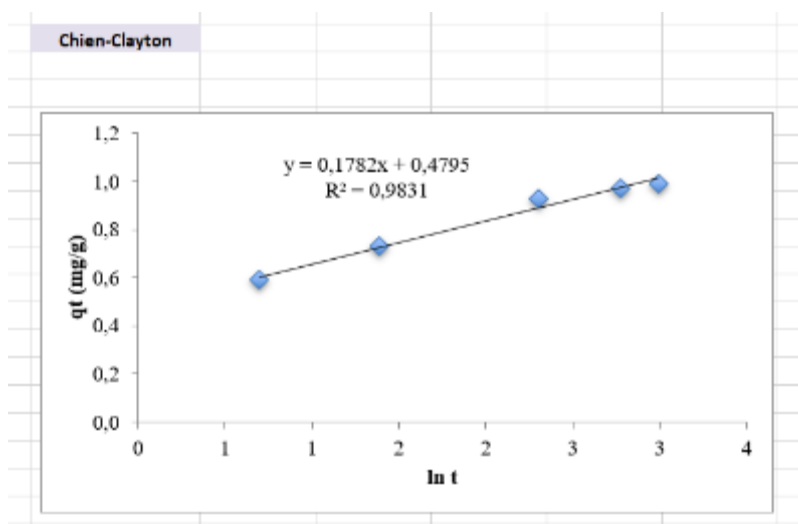


Figura 4-8 Modelo de Chien-Clayton fosfato

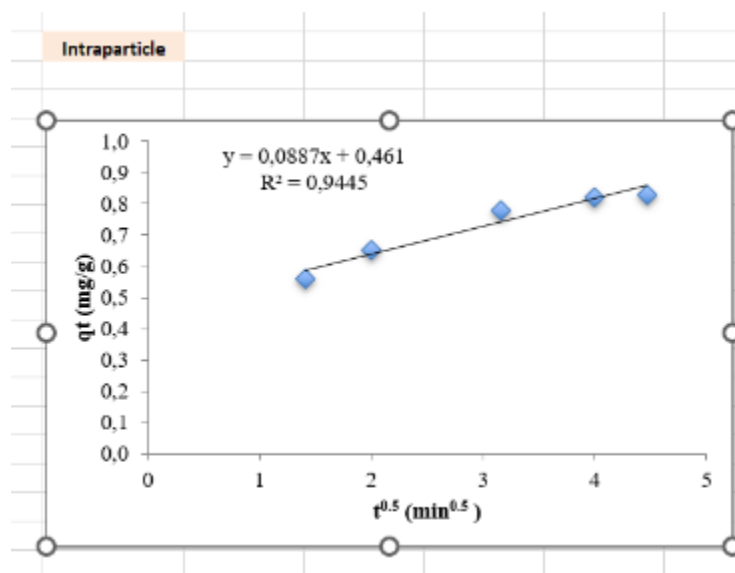


Figura 4-9 Modelo de intrapartícula fosfato

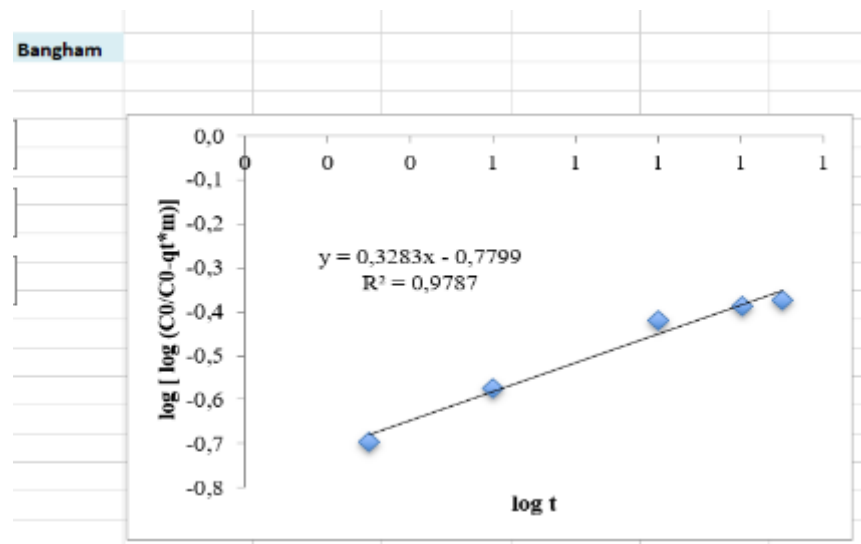


Figura 4-10 Modelo de Bangham fosfato

Tras el ajuste de los datos experimentales a los cinco modelos cinéticos propuestos, los parámetros obtenidos (recogidos en la Tabla 4-9) permiten discernir el mecanismo gobernante en la adsorción de fosfato sobre la hidrotalcita.

El modelo de primer orden asume que la velocidad de adsorción es proporcional al número de sitios activos libres en el material. Se observa como presenta un r^2 alto (0,972), y hay una discrepancia entre el q_{exp} , (0,46 mg/g) y el q_{cal} (0,41 mg/g). Estos resultados muestran que cuando el valor calculado es menos que el experimental, suele indicar que el modelo no describe toda la etapa del proceso, especialmente hacia el final de la adsorción. Este hecho sugiere que el mecanismo no es puramente físico.

Continuando con el modelo de segundo orden, se muestra como el modelo predominante. Es el que resulta con mejor correlación, 0,98, y además el K_2 es relativamente alto, 0,876, lo que demuestra que la cinética es de captura rápida. La superioridad de este modelo confirma que existe una afinidad química fuerte. El fosfato se está uniendo mediante enlaces de intercambio iónico en los sitios activos de la hidrotalcita. Es el modelo más fiable para predecir el comportamiento de nuestro hidróxido doble laminar.

Siguiendo con el modelo de Chien-Clayton, se ve cómo evalúa la cinética de intercambio iónico en superficies homogéneas. El valor de α (0,244) representa la velocidad de adsorción inicial, mientras que β (8,372) se relaciona con el grado de cobertura de la superficie. Con el r^2 obtenido de 0,937, el modelo no es tan preciso como con el de segundo orden. Esto indica que, a pesar de que la superficie de la hidrotalcita tiene cierta heterogeneidad, el proceso está más gobernado por la estequiometría de la reacción química que por la irregularidad de los sitios activos.

Añadiendo el modelo de intrapartícula, se ve cómo este modelo analiza si el paso más lento es el transporte del fosfato desde la disolución hacia el interior de los poros del hidróxido. El r^2 es bajo (0,891) y el valor de C (0,066) es mayor que cero. Con estos resultados se demuestra que la difusión intrapartícula no es la única etapa limitante. Existe una resistencia en la “capa límite” (la película de agua que rodea la partícula). Esto quiere decir que el fosfato encuentra cierta dificultad para llegar a la partícula.

Finalmente, el último modelo a analizar fue el de Bangham, el cual se utiliza para comprobar si la difusión en los poros es el único mecanismo de control. Presenta el coeficiente de correlación más bajo de todos (0,883). Al obtener un resultado no tan deseado, podemos descartar que el proceso sea puramente de difusión. Esto refuerza la conclusión del modelo de segundo orden, donde la química de la superficie es más importante que la estructura de los poros para la captura del fosfato.

En base a la comparativa de los coeficientes de determinación y la concordancia de las capacidades de adsorción, se determina que el modelo de segundo orden es el que describe la mejor cinética de adsorción del fosfato. Esto implica que el mecanismo principal es la quimisorción.

De misma manera, se presentan las representaciones gráficas de los modelos cinéticos evaluados para el nitrato. En las Figuras 4-11, 4-12, 4-13, 4-14, 4-15 siguientes se muestran los ajustes experimentales mediante sus respectivas líneas de tendencia, permitiendo una evaluación visual de la correspondencia entre los datos obtenidos y las ecuaciones de cada modelo:

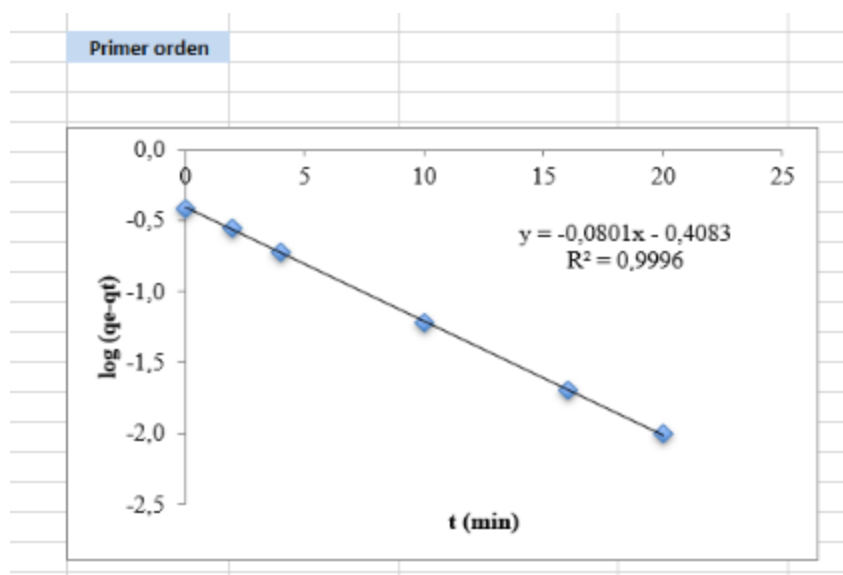


Figura 4-11 Modelo de primer orden nitrato

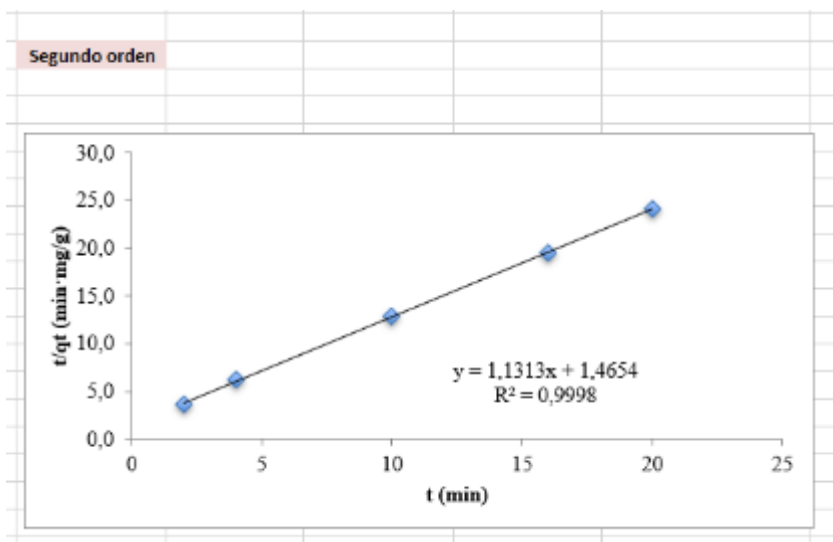


Figura 4-12 Modelo de segundo orden nitrato

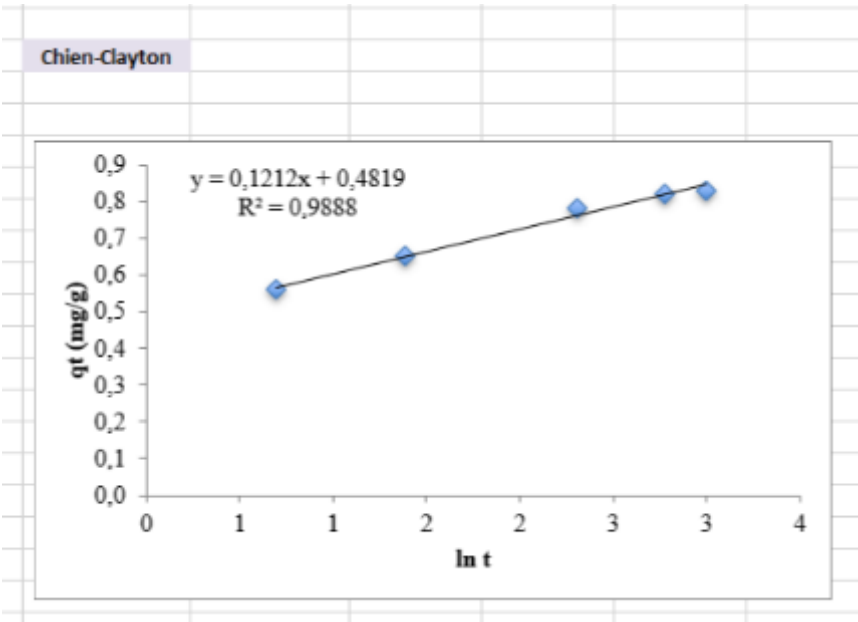


Figura 4-13 Modelo de Chien-Clayton nitrato

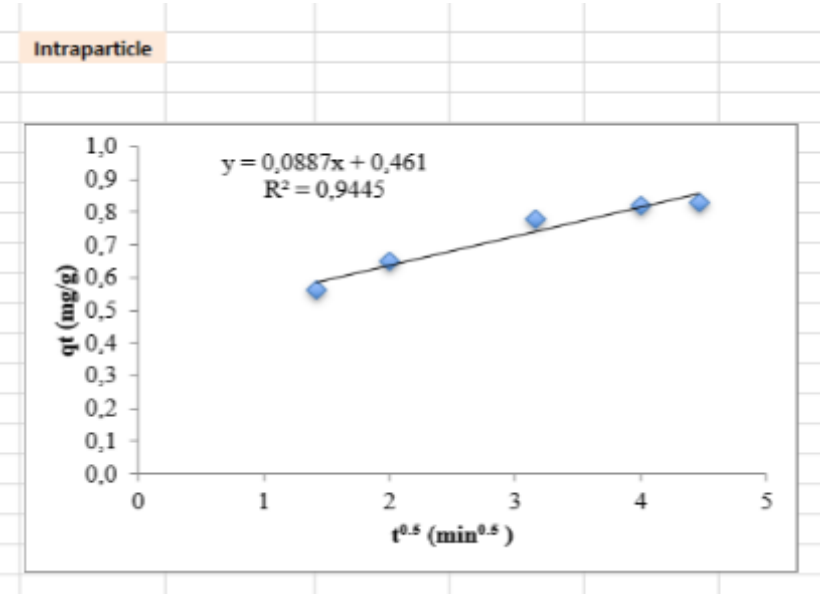


Figura 4-14 Modelo de intrapartícula nitrato

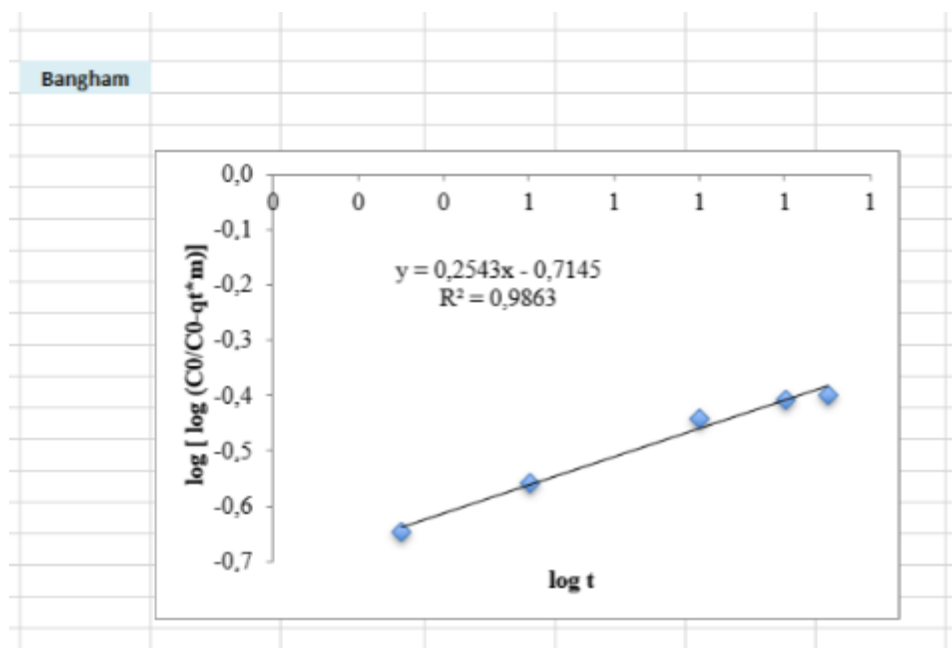


Figura 4-15 Modelo de Bangham nitrato

Tras el ajuste de los datos experimentales a los cinco modelos cinéticos propuestos, los parámetros obtenidos (recogidos en la Tabla 4-9) permiten discernir el mecanismo gobernante en la adsorción de nitrato.

A diferencia del fosfato, el nitrato muestra una cinética de adsorción con ajustes estadísticos superiores al 0,99 en los modelos principales lo que permite una interpretación muy precisa del fenómeno. Comenzando por el modelo de primer orden, se ve cómo tiene un r^2 casi perfecto de 0,9996. A pesar de ello, existe una desviación crítica, ya que el valor de q_{cal} de 0,391 mg/g, es menos de la mitad del valor experimental q_{exp} 0,84 mg/g. A pesar de la excelente correlación lineal, la incapacidad del modelo para predecir el q real lo descarta como modelo representativo. Esta discrepancia es un indicador de que el proceso no es una adsorción simple controlada por la concentración.

Siguiendo con el modelo de segundo orden, es el modelo con el ajuste más alto registrado de 0,9998. A diferencia del modelo anterior, aquí el valor calculado q_{cal} 0,884 mg/g es muy cercano al experimental q_{exp} 0,84 mg/g. Este modelo sin duda es el modelo gobernante. Un r^2 tan cercano a la unidad confirma que la etapa limitante es la quimisorción. En el caso del nitrato tras los resultados obtenidos, sugiere que la interacción en los sitios activos de nuestra hidrotalcita es muy ordenada. La constante K_2 (0,873) indica una velocidad de reacción similar a la del fosfato, lo que demuestra una alta eficiencia de captura.

Continuando con el tercer modelo, el modelo de Chien-Clayton, se ve un ajuste muy elevado (0,989) y destaca el valor de α (6,457), que es notablemente superior al del fosfato (0,244). Este alto valor de α indica que la velocidad inicial de adsorción para el nitrato es mucho más agresiva y rápida que para el fosfato. Esto puede deberse a que el nitrato tiene una movilidad mayor para moverse y alcanzar los sitios activos de la superficie de forma casi instantánea al inicio del proceso.

Siguiendo con el cuarto modelo, tenemos el modelo intrapartícula, que presenta un ajuste más pobre con una r^2 de 0,528 y una constante C de 1,252. Una r tan baja significa que este modelo es inválido para el nitrato. El hecho de que la línea de tendencia se aleje tanto del origen y de los puntos experimentales confirma que la difusión a través de los poros no limita en absoluto la velocidad del proceso. El nitrato no encuentra barreras físicas para penetrar en la estructura.

Por último, el modelo de Bangham, que presenta un r^2 un ajuste alto de 0,986. Aunque el ajuste es bueno, este resultado solo indica que la distribución del adsorbato en los poros es uniforme.

Para el nitrato, al igual que el fosfato, el modelo de segundo orden es indiscutiblemente el que mejor define el sistema. Lo más destacable en comparación con el fosfato es la mayor velocidad inicial y la mejor precisión del ajuste estadístico, lo que sugiere que nuestro hidróxido tiene una alta afinidad química y robusta hacia este contaminante.

Por último, se presentan las representaciones gráficas de los modelos cinéticos evaluados para el cobre. En las Figuras siguientes se muestran los ajustes experimentales mediante sus respectivas líneas de tendencia, permitiendo una evaluación visual de la correspondencia entre los datos obtenidos y las ecuaciones de cada modelo:

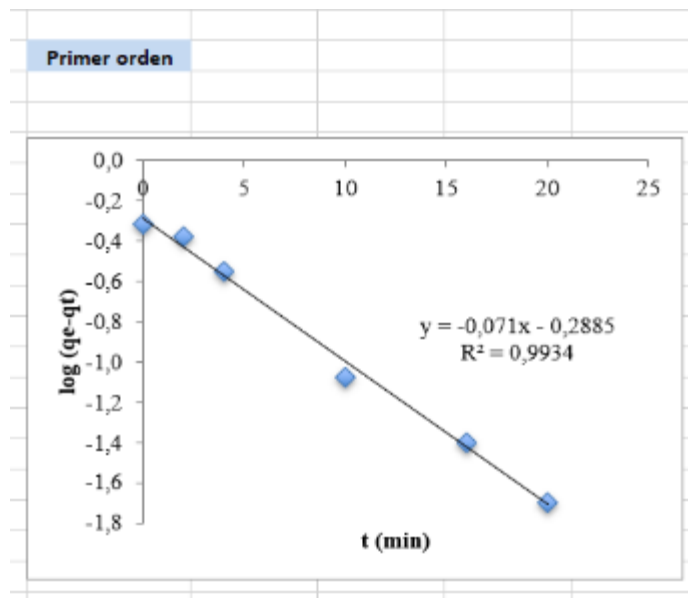


Figura 4-16 Modelo de primer orden cobre

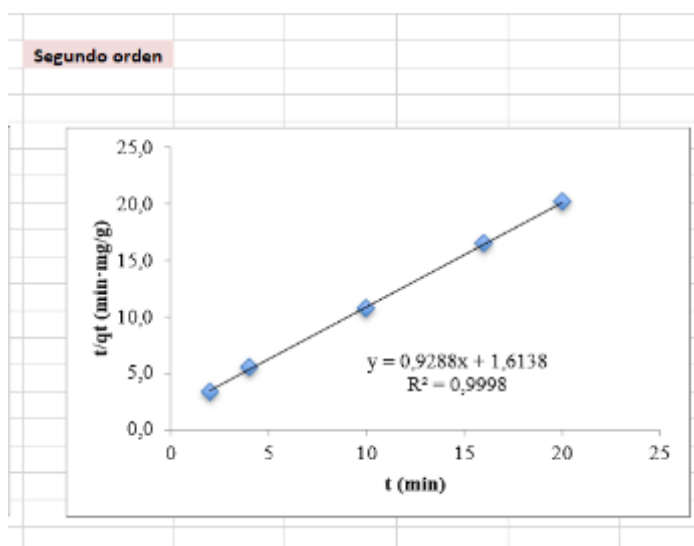


Figura 4-17 Modelo de segundo orden cobre

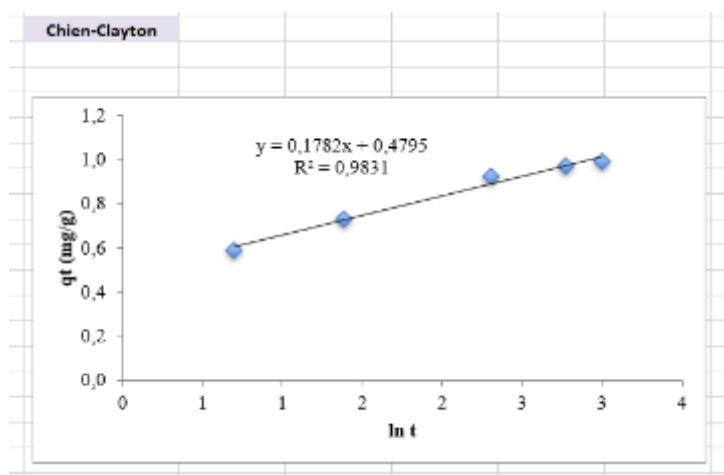


Figura 4-18 Modelo de Chien-Clayton cobre

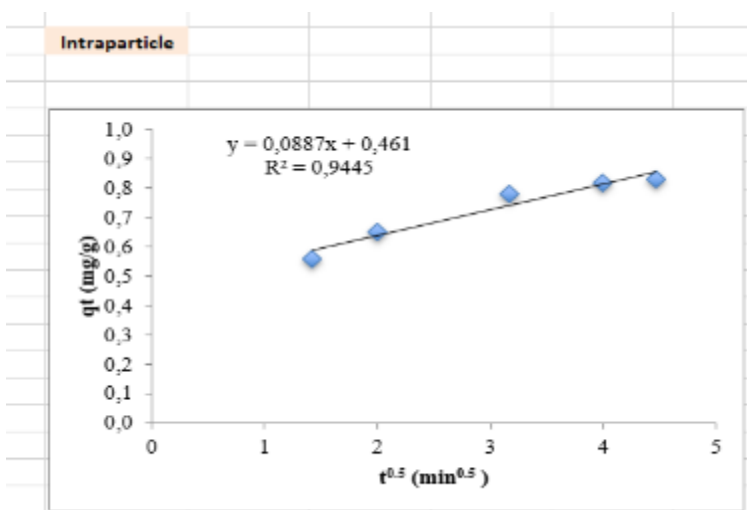


Figura 4-19 Modelo de intrapartícula cobre

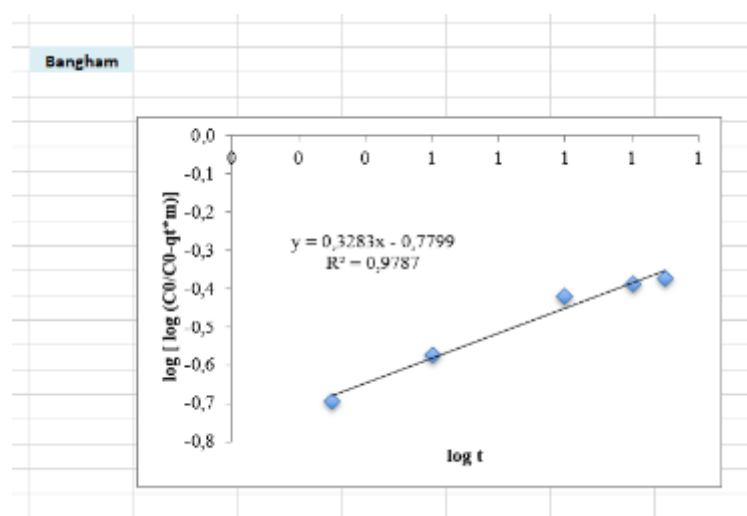


Figura 4-20 Modelo de Bangham cobre

Tras el ajuste de los datos experimentales a los cinco modelos cinéticos propuestos, los parámetros obtenidos (recogidos en la Tabla 4-9) permiten discernir el mecanismo gobernante en la adsorción de cobre.

El estudio cinético del cobre muestra una excelente correlación con los modelos basados en la reacción química, destacando una capacidad de adsorción superior ($q_{\text{exp}} = 1,010 \text{ mg/g}$), en comparación con los aniones analizados anteriormente.

Comenzando por el método de primer orden, presenta un coeficiente de correlación elevado (0,993). Aunque, el valor calculado de capacidad de adsorción ($q_{\text{cal}} = 0,515 \text{ mg/g}$) es sumamente inferior al obtenido experimentalmente. A pesar de que la linealidad es buena, la notable diferencia entre los valores anteriores indica que el modelo no es capaz de representar el proceso en su totalidad al igual que pasa con el nitrato. Esto sugiere que la adsorción no está limitada por el transporte de masa inicial, sino por las interacciones en la superficie activa.

Siguiendo con el modelo de segundo orden, al igual que ocurrió con el nitrato, este modelo presenta un ajuste casi perfecto de 0,9998. Además, el valor calculado ($q_{\text{cal}} = 1,070 \text{ mg/g}$), guarda una coherencia con el experimental. Este resultado confirma que el mecanismo gobernante es la quimisorción. En el caso del cobre, esto se puede deber a la formación de enlaces de coordinación entre los iones Cu^{2+} y los grupos hidroxilo ($-\text{OH}$) de las láminas de la hidrotalcita. La constante K_2 (0,535) es algo menor que la del nitrato, lo que sugiere que, aunque la afinidad es muy alta, el proceso de estabilización química es ligeramente pausado.

Continuando con el modelo Chien-Clayton, éste presenta un ajuste robusto de 0,983 con un valor de α de 2,629. Este valor de α es intermedio entre el del fosfato y el nitrato. Esto indica que el cobre tiene una fuerte tendencia a ser capturado de forma instantánea por los sitios activos de la superficie externa.

Con el modelo de intrapartícula, a diferencia de los contaminantes anteriores, el ajuste para el cobre es significativamente mejor ($r^2 = 0,932$). La constante de difusión K_p es de 0,130 y la constante C es de 0,450. Un índice de correlación mayor a 0,90 indica que la difusión hacia el interior de los poros juega un papel relevante en la cinética del cobre. El valor $C > 0$ confirma que el proceso es multietapa. El cobre parece aprovechar mejor la porosidad interna del material que los aniones previos.

Finalmente, el modelo de Bangham, muestra una buena correlación ($r^2 = 0,979$). Este buen ajuste refuerza la observación del modelo intrapartícula. El sistema indica que los poros del adsorbente participan activamente en la retención del cobre.

El cobre presenta la mayor capacidad de adsorción de los tres analitos estudiados. Su comportamiento cinético está perfectamente descrito por el modelo de segundo orden, lo que ratifica un control por quimisorción. Sin embargo, a diferencia de los aniones, el cobre muestra una mayor dependencia de la estructura porosa del material, lo que sugiere que este catión logra penetrar y estabilizarse de manera más profunda en la matriz de la hidrotalcita.

En conclusión, el estudio cinético revela que la hidrotalcita actúa mediante un mecanismo de quimisorción altamente eficiente para los tres analitos, como demuestra el ajuste superior del modelo de segundo orden ($r^2 > 0,98$) frente a las rutas de difusión física. Los resultados muestran una jerarquía de afinidad donde el cobre alcanza la mayor capacidad de carga (1,010 mg/g) y el nitrato la mayor velocidad de respuesta inicial, mientras que el fosfato presenta una cinética más dependiente de la interacción química superficial; esta combinación de factores ratifica que el material no solo es versátil para capturar simultáneamente cationes y aniones, sino que garantiza una retención estable y rápida, ideal para aplicaciones exigentes en el tratamiento de aguas contaminadas.

El comportamiento cinético obtenido en esta investigación se encuentra en estrecha concordancia con la literatura especializada en hidróxidos dobles laminares.

Los resultados muestran al modelo de segundo orden como el más efectivo (r^2 entre 0,98 y 0,999). Este fenómeno es ampliamente corroborado. En la investigación de [54], se muestra como su trabajo sobre la cinética de adsorción, establecen que este modelo describe sistemas donde la interacción es de naturaleza química. Los resultados obtenidos por el cobre ($r^2 = 0,9998$) y nitrato ($r^2 = 0,9998$) siguen de misma manera la tendencia descrita por el autor para la captura de iones metálicos y aniones complejos. Por otra parte [61], muestra en su estudio la eliminación de fosfatos mediante HDL y obtuvo un ajuste de segundo orden muy similar al obtenido en nuestra investigación ($r^2 = 0,98$) donde sugiere que la estructura laminar de la hidrotalcita favorece una quimisorción por intercambio iónico, lo que valida nuestro resultado del fosfato.

Siguiendo con el valor de α obtenido para el nitrato (6,457) frente al fosfato (0,244) indica una velocidad inicial muy superior para el primero. En el estudio de [65] se compara la adsorción de diversos aniones en hidrotalcitas y concluyó que los aniones monovalentes y con menor radio de hidratación, como el nitrato, presenta una cinética de difusión externa más rápida. Esto corrobora que los resultados obtenidos reflejan correctamente las propiedades físicas de los iones.

El hecho de que la constante C sea mayor que 0 en el modelo de intrapartícula, indica que la difusión no es la única etapa limitante [55]. Los resultados de esta investigación coinciden con [52], donde se estudió el cobre en HDL y se observó que el metal atraviesa una fase de adsorción superficial rápida antes de penetrar en los poros, obteniendo ajustes de r^2 similares a nuestro 0,932.

5 CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

5.1 Conclusiones

Tras finalizar la fase experimental de síntesis, caracterización y evaluación de la capacidad adsorptiva de los materiales desarrollados, se procede al desarrollo de las conclusiones generales y líneas futuras derivadas de este proyecto.

- Eficacia de la síntesis: como se muestra en los resultados, el proceso de formación de hidrotalcita por reactor hidrotermal se consolidó como la técnica más robusta, permitiendo la obtención de materiales con una mayor cristalinidad y estabilidad térmica, lo que se traduce a una menor pérdida de masa por deshidratación y deshidroxilación en comparación con los otros procesos como la coprecipitación o el autoclave.
- Capacidad de remoción: la hidrotalcita mostró una alta versatilidad, logrando una eficiencia de eliminación del 91,4% para los fosfatos y del 78,4% para el cobre, en cambio la remoción de nitratos fue más estable con un 43,2%.
- Estabilidad y reproducción: los ensayos de las cinco tandas confirman la fiabilidad del hidróxido doble laminar. Destaca el caso del fosfato ya que se observó una mejora progresiva de la adsorción, lo que supone una activación de la estructura interna mediante el efecto memoria tras el contacto con la disolución.
- Optimización de procesos: se ha determinado que el secado convencional es suficiente para obtener adsorbentes altamente eficaces, evitando así el uso de tratamientos térmicos más drásticos como la calcinación, que en estructuras más densas podría provocar un colapso irreversible de los sitios activos.

5.2 Líneas futuras

Para aportar continuidad a este trabajo de fin de grado se muestran las siguientes líneas de actuación para futuros proyectos de la misma índole:

- Estudios de regeneración y desorción: evaluar la capacidad de desorción de los contaminantes retenidos, en particular fosfato y cobre, mediante lavados con disoluciones salinas o ajustes de pH, con el objetivo de favorecer la economía circular y posibilitar la reutilización del adsorbente en sucesivos ciclos de operación.
- Ensayos en matriz real: aplicar los hidróxidos dobles laminares sintetizados al tratamiento de aguas residuales reales procedentes de actividades agrícolas o industriales, con el fin de estudiar el efecto de la competencia iónica entre los distintos aniones y cationes presentes simultáneamente en la matriz compleja.

- Modificar la relación Mg/Al: investigar como afectaría la variación de la relación estequiométrica entre los metales de la lámina a la capacidad de intercambio iónico con el objetivo de buscar la manera más óptima de la captura de aniones como el nitrato.
- Funcionalización de nanopartículas magnéticas: uno de los mayores retos del uso de material en polvo para tratamientos de aguas, es recuperarlos tras la adsorción.

Estas líneas futuras propuestas no solo buscan la optimización de la eliminación, sino la transformación del adsorbente en un material inteligente y multifuncional, capaz de responder a los retos medioambientales actuales y a la economía circular de manera integral.

6 BIBLIOGRAFÍA

- [1] «Protocolo de 1997 sobre la protección y el uso de los cursos de agua transfronterizos y los lagos internacionales (Convenio de Helsinki),» 1997.
- [2] «Convenio de las Naciones Unidas sobre el Derecho de los Usos Internacionales del Agua para Fines Distintos de la Navegación,» 1997.
- [3] «Directiva de Aguas de Consumo (98/83/CE),» 1998.
- [4] «Directiva Marco del Agua (2000/60/CE),» 2000.
- [5] «Directiva sobre la calidad de las aguas destinadas al baño (2006/7/CE),» 2006.
- [6] «Directiva 91/271/CEE del Consejo, de 21 de mayo de 1991, sobre el tratamiento de las aguas residuales urbanas,» 08 03 2026. [En línea]. Available: <https://www.boe.es/doue/1991/135/L00040-00052.pdf>.
- [7] «RD 509/1996,» 08 03 2026. [En línea]. Available: <https://www.boe.es/eli/es/rd/1996/03/15/509/dof/spa/pdf>.
- [8] y. M. R. y. M. Ministerio de Medio Ambiente, «Resolución de 30 de junio de 2011, de la Secretaría de Estado de Medio Rural y Agua, por la que se declaran las zonas sensibles en las cuencas intercomunitarias,» BOE-A-2011-13028, 2011. [En línea]. Available: <https://www.boe.es/eli/es/res/2011/06/30/>. [Último acceso: 08 03 2026].
- [9] UNESCO, «Riesgo inminente de una crisis mundial del agua,» 21 03 2023. [En línea]. Available: <https://www.unesco.org/es/articles/riesgo-inminente-de-una-crisis-mundial-del-agua-unesco/onu-agua>.
- [10] «European Environment Agency,» 20 09 2024. [En línea]. Available: <https://www.eea.europa.eu/en/analysis/maps-and-charts/annual-water-availability-per-person>.
- [11] «Escasez de agua,» https://es.wikipedia.org/wiki/Escasez_de_agua, 25 01 2026. [En línea].
- [12] C. J. P. Bejarano, «Reutilización de aguas depuradas en la industria por medio de un sistema de de recolección,» Bogotá, 2022.

- [13] D. Bañón, «Reutilización segura de aguas residuales en agricultura. Contaminantes emergentes y evaluación de riesgos,» Cartagena, 2020.
- [14] L. Penserini, «Tackling climate change through wastewater reuse in agriculture: A,» *Science Direct*, 2024.
- [15] R. Kumar, «A review on emerging water contaminants and the application of sustainable removal technologies,» *Science Direct*, vol. 6, 2022.
- [16] S. Akinawo, «Eutrophication: Causes, consequences, physical, chemical and biological techniques for mitigation strategies,» *Science Direct*, vol. 12, 2023.
- [17] M. N. Sharif, «CONTAMINATED WATERS: UNVEILING THE ENVIRONMENTAL AND HEALTH IMPACTS OF GLOBAL WATER POLLUTION,» *KJMR*, vol. 2, nº 5, 2025.
- [18] A. Shirazi, «Open Access Government,» Agosto 2025. [En línea]. Available: <https://www.openaccessgovernment.org/environmental-toxins-and-water-pollution-consequences-for-human-health/196947/>.
- [19] A. E. Ghaly, «Physical, Chemical and Biological,» *International Journal of Advances in Engineering and Management (IJAEM)*, vol. 3, pp. 740-793, 2021.
- [20] «Tratamientos y depuración del agua,» [En línea]. Available: <https://tratamientosydepuraciondelagua.com/aguas-industriales/>. [Último acceso: 26 01 2026].
- [21] S. Kato, «Comprehensive review of industrial wastewater treatment techniques,» 2024.
- [22] F. A. S. Islam, «Advanced Wastewater Treatment Technologies in Addressing Future Water Scarcity through Resources Recovery and Reuse,» *Journal of Engineering Research and Reports*, vol. 27, nº 5, pp. 370-398, 2025.
- [23] J. Bi, «Wastewater Treatment: Functional Materials and Advanced Technology,» *Molecules*, 2024.
- [24] Z. Queen, «A review of advanced wastewater treatment technologies: USA vs. Africa,» *International Journal of Science and Research Archive (IJSRA)*, vol. 11, nº 1, pp. 333-340, 2024.
- [25] S. Satyam, «Innovations and challenges in adsorption-based wastewater,» *Heliyon*, vol. 10, 2024.
- [26] U. Hübner, «Advanced oxidation processes for water and wastewater treatment,» *CellPress*, vol. 10, 2024.
- [27] C. V. Flores, «Layered double hydroxides (LDH) materials for effective phosphate adsorption from aqueous solution,» *Royal Society of Chemistry*, vol. 4, nº 61, 2026.
- [28] A. A. Altalhi, «Recent advances in layered double hydroxide (LDH)- based materials: fabrication, modification strategies, characterization, promising, environmental catalytic applications, and prospective aspects,» *Royal society of chemistry*, vol. 3, 2024.
- [29] F. Rodríguez-Reinoso, «Materiales en Adsorción,» *Revista del Grupo Especializado de Adsorción de la RSEQ*, nº 0, 2010.

- [30] E. E. Abdel-Hady, «Characterization and application of LDH with chitosan composites investigated by positron annihilation lifetime spectroscopy and surface texture for the adsorption of methyl orange,» *Scientific Reports*, 2024.
- [31] «Adsorción,» 27 01 2026. [En línea]. Available: <https://es.wikipedia.org/wiki/Adsorci%C3%B3n>.
- [32] M. F. Bejar, «Hidróxidos dobles laminares: arcillas sintéticas con aplicaciones en nanotecnología,» Madrid, 2016.
- [33] D. R. Martínez, «Hidróxidos dobles laminares: arcillas sintéticas con aplicaciones en nanotecnología,» *Avances en química*, vol. 7, nº 1, pp. 87-99, 2012.
- [34] H. H. González, «Síntesis de hidróxidos dobles laminares (LHD) y su aplicación en la remoción de tetraciclinas en muestras de leche mediante extracción en la fase sólida magnética y electroforesis capilar,» México, 2013.
- [35] G. M. Damián, «SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE HIDRÓXIDOS DOBLES LAMINARES (HDL) CON ADICIÓN DE CATIONES M4+,» México, 2017.
- [36] M. Jobbágy, «Síntesis, caracterización y propiedades de los hidróxidos dobles laminares,» Buenos Aires, 2003.
- [37] Á. D. Guevara, «Optimización de la síntesis hidrotermal de hidróxidos dobles laminares mediante un reactor HTC para el tratamiento de aguas,» Pontevedra, 2024.
- [38] Coprecipitación, «Wikipedia.es,» [En línea]. Available: <https://es.wikipedia.org/wiki/Coprecipitaci%C3%B3n>. [Último acceso: 28 01 2026].
- [39] M. M. Muriel, «Preparación de materiales basados en hidróxidos dobles laminares como fotocatalizadores,» Valencia, 2024.
- [40] M. R. Fernández, «Estudio de la cristalquímica y cuantificación por defracción de rayos X en materiales tipo hidrotalcita procedentes de la química del cemento,» Madrid, 2016.
- [41] C. S. Jiménez, «Sistema de síntesis de hidróxidos dobles laminares con nitrato para reducir contaminación con carbonato y monitoreo de intercambio de nitrato interlaminares,» *Avances en Química*, vol. 11, nº 1, pp. 11-16, 2016.
- [42] I. Ríos-León, «Estudio a través de espectroscopia infrarroja y termogravimetría del efecto de la temperad,» *DYNA*, vol. 84, nº 201, pp. 9-16, 2017.
- [43] S. Brunauer, «Adsorption of gases in multimolecular layers,» *ournal of the American Chemical Society*, vol. 60, nº 2, pp. 309-319, 1938.
- [44] M. Thommes, «Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report),» *Pure and Applied Chemistry*, vol. 87, nº 9-10, pp. 1051-1069, 2015.
- [45] F. A. Rodríguez Rivas, «Aplicación de los hidróxidos dobles laminares como fotocatalizadores en la eliminación de gases NOx,» Córdoba, 2019.
- [46] I. d. C. y. Petroleoquímica, «ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ATÓMICA ICP-OES,» 2019.
- [47] F. Cavani, «Hydrotalcite-type anionic clays: Preparation, properties and applications,» *Catalysis Today*, vol. 11, p. 173–301, 1991.

- [48] Al-Degs, «Adsorption of dyes using layered double hydroxides,» *Journal of Hazardous Materials*, vol. 151, p. 324–332, 2008.
- [49] J. Lu, «Layered double hydroxides for environmental remediation,» *Applied Clay Science*, vol. 123, pp. 1-23, 2016.
- [50] J. Toledo, «Arsenate adsorption onto magnetic hydrotalcite,» *Journal of Environmental Management*, vol. 231, p. 251–259, 2019.
- [51] L. R. V. Da Conceição, «Magnetic hydrotalcite composites for anion removal from water,» *Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 8, 2020.
- [52] K. H. Goh, «Application of layered double hydroxides for removal of oxyanions,» vol. 42, pp. 1343-1368, 2008.
- [53] F. Cavani, «Hydrotalcite-type anionic clays: Preparation, properties and applications,» *Catalysis Today*, vol. 11, pp. 173-301, 1991.
- [54] Y. S. Ho, «Pseudo-second order model for sorption processes,» *Process Biochemistry*, vol. 34, pp. 451-465, 1999.
- [55] W. J. M. J. C. Weber, «Kinetics of adsorption on carbon from solution,» *Journal of the Sanitary Engineering Division*, vol. 89, pp. 31-60, 1963.
- [56] T. Hibino, «Synthesis of crystalline layered double hydroxides: Efficiency of the hydrothermal method,» *Clays and Clay Minerals*, vol. 43, n° 4, pp. 427-432, 1995.
- [57] S. J. Palmer, «Thermal decomposition of hydrotalcites: A gravimetric study,» *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2010.
- [58] F. M. Labajos, «Effect of hydrothermal treatment on physicochemical properties of Mg-Al hydrotalcites,» *Journal of Materials Science*, 1992.
- [59] Z. Lu, «Effect of ultrasound on the synthesis of layered double hydroxides,» *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 32, pp. 28-36, 2016.
- [60] Q. Wang, «Recent advances in the synthesis and application of layered double hydroxides,» *Chemical Reviews*, vol. 112, n° 7, pp. 4124-4155, 2012.
- [61] D. J., «Adsorption of phosphate by layered double hydroxides in aqueous solutions,» *Applied Clay Science*, vol. 32, n° 3, pp. 252-260, 2006.
- [62] T. Kameda, «The removal of metal ions from solutions using magnesium-aluminum oxide. Water Research,» *Science Direct*, vol. 37, n° 14, pp. 3463-3469, 2003.
- [63] K. L. Erickson, «Adsorption of noble metal anions onto calcined hydrotalcite,» *Chemosphere*, vol. 60, n° 3, pp. 420-425, 2005.
- [64] K. Kuzawa, «Phosphate removal by magnesium–aluminum oxide and its adsorption characteristics,» *Chemosphere*, vol. 62, n° 1, pp. 27-36, 2006.
- [65] A. Halajnia, «Adsorption-desorption characteristics of nitrate, phosphate and sulfate on Mg-Al LDH,» *Applied Clay Science*, vol. 45, n° 1-2, pp. 67-73, 2009.
- [66] L. Mokif, «Removal Methods of Synthetic Dyes from Industrial Wastewater: A review,» Septiembre 2004. [En línea]. Available:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0160412004000340>. [Último acceso: 26 01 2026].

- [67] J. A. Galán, «Evaluación de los factores que afectan a la adsorción y,» pp. 181-184, 2021.
- [68] F. Rodríguez, «Empleo de Hidróxidos Dobles Laminares como material adsorbente en el tratamiento de aguas contaminadas por ácido pícrico, experiencia realizada en la UNAH año 2018,» *Revista Bionatura*, vol. 7, nº 3, 2022.

ANEXO I: IMPLICACIONES SOCIALES, Y/O ECONÓMICAS, Y/O AMBIENTALES

Este proyecto, centrado en la síntesis y aplicación de hidróxidos dobles laminares (HDL) como adsorbentes para la eliminación de contaminantes inorgánicos en agua, presenta implicaciones relevantes en tres planos complementarios: ambiental, económico y social. En conjunto, los resultados obtenidos muestran que los materiales desarrollados no solo son eficaces desde el punto de vista técnico, sino que también se alinean con criterios de sostenibilidad y con los objetivos marcados por la comunidad internacional en materia de gestión del recurso hídrico.

- **Implicaciones ambientales:** desde la perspectiva ambiental, los HDL sintetizados contribuyen de manera directa a la protección de los ecosistemas acuáticos. La capacidad de estos materiales para reducir de forma notable la concentración de fosfatos y otros nutrientes en disolución permite limitar la aparición de procesos de eutrofización, asociados a floraciones algales, disminución del oxígeno disuelto y episodios de anoxia que comprometen la biodiversidad y el equilibrio ecológico de ríos, lagos y estuarios. De forma similar, la remoción de metales como el cobre disminuye el riesgo de bioacumulación de especies tóxicas a lo largo de la cadena trófica, reduciendo su impacto sobre organismos acuáticos y, en última instancia, sobre la salud humana. Adicionalmente, las rutas de síntesis empleadas se basan en medios acuosos y condiciones moderadas de operación, sin recurrir al uso de disolventes orgánicos peligrosos, lo que sitúa el desarrollo de estos adsorbentes en el marco de los principios de la química verde y de los procesos ambientalmente más benignos.
- **Implicaciones económicas:** En el ámbito económico, el uso de hidróxidos dobles laminares como adsorbentes se perfila como una alternativa potencialmente competitiva frente a tecnologías de tratamiento más costosas o complejas, como determinados procesos de membrana o tratamientos avanzados de oxidación. La síntesis mediante coprecipitación, vía hidrotermal o en autoclave puede adaptarse a escalas superiores utilizando equipamiento relativamente estándar, lo que facilita su integración en líneas de tratamiento ya existentes sin requerir grandes inversiones en infraestructura. Un aspecto especialmente relevante es la posibilidad de regenerar el material tras su uso mediante tratamientos térmicos, aprovechando el denominado efecto memoria para reconstruir la estructura laminar y permitir su reutilización en varios ciclos de adsorción, reduciendo así el consumo de materia prima y los costes asociados a la gestión de lodos residuales. Además, la retención de especies como el fosfato abre la puerta a estrategias de valorización, en las que el contaminante atrapado pueda convertirse en un recurso aprovechable, por ejemplo, como componente de fertilizantes de liberación controlada, alineando el proceso con los principios de la economía circular.
- **Implicaciones sociales:** Las implicaciones sociales del proyecto se relacionan fundamentalmente con la mejora de la calidad del agua y la contribución a la seguridad hídrica. La eliminación eficiente de nutrientes, metales y otros contaminantes prioritarios se traduce en efluentes de mejor calidad, lo que repercute positivamente en el abastecimiento de agua para usos agrícolas, industriales y, en determinados contextos, incluso para consumo humano tras los tratamientos adecuados. Esta mejora en la calidad del recurso permite disminuir riesgos sanitarios asociados a la presencia de nitratos y metales pesados, especialmente relevantes en zonas rurales o periurbanas afectadas por vertidos industriales y actividades agrícolas intensivas. En términos de políticas globales, el trabajo se enmarca de forma directa en objetivos como el ODS 6 (agua limpia y saneamiento) y el ODS 12

(producción y consumo responsables), al proponer tecnologías de tratamiento más sostenibles y potencialmente transferibles al tejido productivo. Al mismo tiempo, el desarrollo y optimización de estos materiales en el entorno universitario favorece la generación y transferencia de conocimiento hacia la industria del tratamiento de aguas, impulsando la innovación tecnológica y contribuyendo a la formación de perfiles profesionales especializados en gestión ambiental y recursos hídricos.

ANEXO II: REFLEXIONES ÉTICAS Y SOCIALES

El desarrollo de este trabajo de fin de grado sobre hidróxidos dobles laminares (HDL) como adsorbentes para tratamiento de aguas contaminadas trasciende el ámbito técnico para abordar una reflexión ética fundamental. En un contexto global donde la contaminación hídrica amenaza ecosistemas y la salud pública, la investigación científica adquiere una dimensión de responsabilidad ineludible, alineada con los principios de sostenibilidad y justicia ambiental.

Desde la perspectiva ética, este proyecto se fundamenta en el principio de responsabilidad intergeneracional y en la ética del cuidado ambiental. La síntesis de materiales eficaces para eliminar fosfatos, nitratos y metales pesados responde al deber moral de preservar recursos hídricos viables para generaciones futuras, evitando que las soluciones tecnológicas actuales comprometan la capacidad de las próximas para satisfacer sus necesidades básicas. Los métodos acuosos empleados y la regenerabilidad del adsorbente mediante efecto memoria reflejan los principios de química verde, minimizando el impacto ambiental del proceso mismo. La transparencia en la presentación de resultados (reconociendo limitaciones como la menor afinidad por nitratos) garantiza la integridad científica, esencial para generar confianza en aplicaciones reales.

Socialmente, el proyecto reconoce el agua potable como derecho humano universal, democratizando tecnologías de tratamiento mediante procesos escalables y de bajo coste como la coprecipitación. Estas soluciones son especialmente relevantes para comunidades rurales afectadas por vertidos agrícolas e industriales, reduciendo desigualdades en el acceso a agua segura y protegiendo la salud pública frente a contaminantes como metales pesados. Al contribuir a los ODS 6 (Agua limpia y saneamiento) y 12 (Producción y consumo responsables), el trabajo posiciona al ingeniero químico como agente transformador en la transición hacia modelos de gestión hídrica equitativos y sostenibles.

En síntesis, este TFG integra ética y técnica al proponer adsorbentes HDL que no solo resuelven problemas ambientales concretos, sino que lo hacen desde criterios de sostenibilidad y responsabilidad social. La labor del graduado trasciende el laboratorio para configurarse como contribución al bien común, alineando innovación tecnológica con valores éticos en la preservación del recurso hídrico más esencial.