



Centro Universitario de la Defensa en la Escuela Naval Militar

TRABAJO FIN DE GRADO

*Optimización de la síntesis hidrotermal de hidróxidos dobles
laminares mediante un reactor HTC para el tratamiento de aguas*

Grado en Ingeniería Mecánica

ALUMNO: Álvaro Delgado Guevara

DIRECTORAS: Rosa Devesa Rey

Leticia Pérez Rial

CURSO ACADÉMICO: 2024-2025

Universida_{de}Vigo



Centro Universitario de la Defensa en la Escuela Naval Militar

TRABAJO FIN DE GRADO

Optimización de la síntesis hidrotermal de hidróxidos dobles laminares mediante un reactor HTC para el tratamiento de aguas

Grado en Ingeniería Mecánica

Intensificación en Tecnología Naval

Infantería de Marina

UniversidadeVigo

RESUMEN

La creciente preocupación por la contaminación del agua ha impulsado la investigación en nuevas tecnologías de tratamiento. Este Trabajo Fin de Grado se centra en la optimización de la síntesis hidrotermal de hidróxidos dobles laminares (HDL), comúnmente conocidos como hidrotalcitas, utilizando un reactor HTC para su aplicación en la eliminación de contaminantes presentes en aguas residuales.

Se han sintetizado muestras de HDL variando los parámetros de temperatura y tiempo para evaluar su eficacia en la adsorción de diferentes colorantes, seleccionando finalmente el amarillo titán como colorante modelo por su rápida eliminación. Además, se ha analizado el rendimiento de eliminación de contaminantes inorgánicos como el nitrato y el cobre. Los experimentos han sido realizados mediante espectrofotometría UV-Vis, y los datos se han tratado estadísticamente con el software Statística Academic. El objetivo final es obtener un material adsorbente eficiente y sostenible para su uso en procesos de depuración de aguas, reduciendo el impacto ambiental y contribuyendo a una gestión más responsable de los recursos hídricos.

PALABRAS CLAVE

Hidrotalcita, síntesis hidrotermal, tratamiento de aguas, HTC, adsorción

AGRADECIMIENTOS

En la recta final de esta etapa académica, quiero expresar mi más sincero agradecimiento a todas las personas que han sido parte fundamental de este camino, especialmente durante el desarrollo del Trabajo de Fin de Grado.

En primer lugar, quiero agradecer a mis tutoras, la Sra. Devesa y la Sra. Pérez, por su dedicación, compromiso y paciencia conmigo. Su guía ha sido fundamental para superar este último desafío.

También deseo dar las gracias a mi familia y a mis amigos, cuyo respaldo ha sido incondicional desde mucho antes del primer día que entré aquí. Gracias por estar siempre ahí, cuando más lo necesitaba, por empujarme a seguir adelante y por confiar en mí.

Por último, a mi querida camareta 218, gracias por ser parte de este último año, lleno de aprendizaje, retos y alegrías. Gracias por compartir tantas vivencias y por todo lo que nos queda aún.

CONTENIDO

Contenido	1
Índice de Figuras	4
Índice de Tablas.....	6
1 Introducción y objetivos	7
1.1 Introducción	7
1.2 Antecedentes	7
1.3 Normativas	8
1.4 Justificación	10
1.5 Objetivos	11
1.6 Estructura	11
2 Estado del arte	12
2.1 Importancia del tratamiento de aguas y tecnologías actuales	12
2.1.1 Problemática de la contaminación de aguas	12
2.1.2 Necesidad del tratamiento de aguas residuales.....	12
2.1.3 Tecnologías actuales en el tratamiento de aguas	13
2.2 Hidróxidos dobles laminares (HDL) e Hidrotalcita tipo Mg/Al	13
2.2.1 Definición y estructura de los HDL	13
2.2.2 Propiedades fisicoquímicas de la hidrotalcita.....	14
2.2.3 Aplicaciones ambientales	14
2.2.4 Mecanismos de adsorción de contaminantes	15
2.3 Métodos de síntesis de la hidrotalcita	15
2.3.1 Co-precipitación: método tradicional	15
2.3.2 Síntesis hidrotermal: principios básicos	16
2.3.3 Factores que afectan al proceso de síntesis de la hidrotalcita.....	16
2.4 Tecnología de carbonización hidrotermal (HTC)	17
2.4.1 Introducción a la carbonización hidrotermal	17
2.4.2 Principios del reactor HTC en la síntesis de HDL.....	17
2.4.3 Variables operativas en el proceso HTC	18
2.4.4 Comparación con otros métodos de síntesis	18
2.5 Diseño experimental en la síntesis de hidrotalcita	19
2.5.1 Diseño Box-Behnken.....	19
2.5.2 Parámetros clave en el diseño experimental	19
2.6 Aplicaciones y estudios previos	20

2.6.1 Aplicaciones en el tratamiento de aguas.....	20
2.6.2 Estudios recientes sobre hidrotalcita y HTC	20
2.6.3 Tendencias futuras en la investigación	21
3 Desarrollo del TFG.....	22
3.1 Producción de hidrotalcita por co-precipitación	22
3.1.1 Preparación de disoluciones	22
3.1.2 Precipitación/Formación de hidrotalcita	23
3.2 Síntesis hidrotermal de hidrotalcita.....	26
3.2.1 Definición parámetros experimentales	26
3.2.2 Preparación de disoluciones para la síntesis hidrotermal	27
3.3 Selección de contaminantes	28
3.3.1 Preparación de disoluciones de colorantes	31
3.3.2 Determinación de la longitud de onda de absorción.....	32
3.3.3 Determinación tiempo óptimo de eliminación de adsorción	34
3.4 Evaluación de la adsorción de contaminantes.....	36
4 Resultados	38
4.1 Resultados experimentales	38
4.2 Eliminación de colorantes.....	39
4.2.1 Azul de metileno.....	39
4.2.1.1 Recta de calibrado.....	39
4.2.1.2 Procedimiento experimental	39
4.2.1.3 Comparación con hidrotalcita obtenida por síntesis hidrotermal	41
4.2.2 Eliminación de Rojo de Metilo.....	42
4.2.2.1 Recta de calibrado.....	42
4.2.2.2 Procedimiento experimental	42
4.2.2.3 Comparación con hidrotalcita obtenida por síntesis hidrotermal	44
4.2.3 Eliminación de Amarillo Titán	44
4.2.3.1 Recta de calibrado.....	44
4.2.3.2 Procedimiento experimental	45
4.2.3.3 Comparación con hidrotalcita obtenida por síntesis hidrotermal	46
4.3 Eliminación del nitrato.....	47
4.3.1 Resultados obtenidos	47
4.4 Eliminación del cobre	52
4.5 Resultados y selección del colorante modelo	53
5 Conclusiones y líneas futuras	54
5.1 Conclusiones	54

5.2 Líneas futuras	55
6 Bibliografía.....	56
Anexo I: Implicaciones Sociales, Económicas y Ambientales	59
Anexo II: Reflexiones Éticas y Sociales	60

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1 Mapa de vertidos mundial 2018 [6].....	9
Figura 2-1 Escasez física y económica del agua por país (2012) [16]	12
Figura 3-1 Montaje para la preparación de la disolución [Autoría propia]	23
Figura 3-2 Embudo Büchner/Sistema Kitasato [Autoría propia]	24
Figura 3-3 Secado de la HDL mediante la estufa [Autoría propia]	25
Figura 3-4 Homogenización de HDL con un mortero [Autoría propia]	25
Figura 3-5 Peso de la HDL mediante la báscula [Autoría propia]	25
Figura 3-6 Cuadro resumen experimentos síntesis hidrotermal [Autoría propia].....	27
Figura 3-7 Reactivos usados para la síntesis hidrotermal [Autoría propia]	27
Figura 3-8 Reactores utilizados para la síntesis hidrotermal [Autoría propia].....	28
Figura 3-9 Reactores introducidos en la estufa [Autoría propia]	28
Figura 3-10 Azul de metileno [Autoría propia].....	29
Figura 3-11 Rojo de metilo en el laboratorio [Autoría propia]	30
Figura 3-12 Titán amarillo en el laboratorio [Autoría propia]	30
Figura 3-13 Sobre de nitrato HANNA Instruments [Autoría propia]	31
Figura 3-14 Sobre de cobre HANNA Instruments [Autoría propia]	31
Figura 3-15 Medición realizada en el espectrofotómetro [Autoría propia].....	32
Figura 3-16 Longitud de onda de Rojo de metilo [Autoría propia]	33
Figura 3-17 Longitud de onda de Amarillo Titán [Autoría propia]	33
Figura 3-18 Agitador orbital del laboratorio [Autoría propia]	34
Figura 3-19 Jeringuilla y filtro utilizado [Autoría propia]	35
Figura 3-20 Filtro 0,45 μm [Autoría propia]	35
Figura 3-21 Procedimiento de filtrado de la disolución [Autoría propia].....	36
Figura 3-22 Espectrofotómetro multiparámetro con COD de la marca HANNA [Autoría propia].	37
Figura 3-23 Recipiente utilizado para la adsorción de contaminantes [Autoría propia].....	37
Figura 4-1 Recta de calibrado de Azul de Metileno [Autoría propia].....	39
Figura 4-2 Comparación eliminación azul de metileno con distintas concentraciones de HDL.....	41
Figura 4-3 Recta de calibrado del Rojo de Metilo	42
Figura 4-4 Recta de calibrado del Amarillo Titán [Autoría propia].....	44
Figura 4-5 Comparación eliminación amarillo titán con distintas concentraciones de HDL.....	45
Figura 4-6 Diagrama de Pareto de efecto estandarizado	48
Figura 4-7 Superficie de contorno para la eliminación de nitrato	49
Figura 4-8 Gráfico de superficie de contorno (Contour Plot) para la eliminación del nitrato	50
Figura 4-9 Predicción del valor óptimo de eliminación	51

Figura 4-10 Resultados predichos vs Resultados observados	52
---	----

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2-1 Cuadro resumen de comparación de métodos [36] [37]	19
Tabla 3-1 Cuadro resumen parámetros experimentales [Autoría propia]	26
Tabla 4-1 Resultados hidrotalcita por síntesis hidrotermal	38
Tabla 4-2 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,250 g HDL con azul de metileno.....	40
Tabla 4-3 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,500 g HDL con azul de metileno.....	40
Tabla 4-4 Datos de eliminación del azul de metileno	42
Tabla 4-5 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,125 g HDL con rojo de metilo.....	43
Tabla 4-6 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,250 g HDL con rojo de metilo.....	43
Tabla 4-7 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,500 g HDL con rojo de metilo.....	43
Tabla 4-8 Tabla de eliminación del rojo de metilo	44
Tabla 4-9 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,125 g HDL con amarillo titán.....	45
Tabla 4-10 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,250 g HDL con amarillo titán.....	45
Tabla 4-11 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,500 g HDL con amarillo titán.....	45
Tabla 4-12 Datos de eliminación del amarillo titán	46
Tabla 4-13 Datos de eliminación del nitrato	47
Tabla 4-14 Tabla de eliminación del cobre	52

1 INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1.1 Introducción

El acceso al agua potable y su calidad es un tema que causa gran preocupación a nivel mundial debido al incremento de la contaminación y la sobreexplotación de los recursos hídricos. Aunque nuestro planeta cuenta con grandes cantidades de agua, solo un pequeño porcentaje es apto para el consumo humano. En este contexto, diversas tecnologías han sido desarrolladas para mejorar la calidad del agua y reducir el impacto ambiental de los contaminantes. Las tecnologías clásicas incluyen etapas de filtración y adsorción, procesos de oxidación avanzada, tratamientos biológicos o precipitación química, entre otros.

En este estudio se propone la carbonización hidrotermal (HTC, por sus siglas en inglés) como un método prometedor para la conversión de biomasa en materiales carbonosos con aplicaciones en el tratamiento de aguas residuales. En particular, se explorará la combinación de HTC con hidróxidos dobles laminares (HDL-HTC) y su eficacia en la adsorción y eliminación de contaminantes, como metales pesados y compuestos inorgánicos, que afectan a la calidad del agua y la biodiversidad acuática.

Este trabajo de fin de grado tiene como objetivo presentar una visión general sobre la tecnología HTC y su integración con los HDL para la remediación ambiental. Se analizarán los procesos de síntesis y caracterización de estos materiales, así como su desempeño en la eliminación de contaminantes. Además, se abordarán los desafíos y oportunidades de su implementación en el tratamiento de aguas residuales, contribuyendo al desarrollo de soluciones sostenibles en el ámbito de la gestión de recursos hídricos.

1.2 Antecedentes

La depuración de aguas residuales es un desafío ambiental significativo y, a lo largo de los años, se han explorado diversas alternativas para mejorar la eficiencia de los procesos de tratamiento. Los métodos tradicionales de tratamiento, como la coagulación-floculación, los sistemas biológicos y la filtración, aunque efectivos, presentan diversas limitaciones como altos costes operativos, una eficiencia reducida en ciertos contaminantes y la necesidad de procesos adicionales de tratamiento. Por ello, en los últimos años, ha crecido el interés en la búsqueda de nuevos enfoques que sean más económicos, sostenibles y eficaces en la eliminación de contaminantes, especialmente en áreas como la adsorción de metales pesados, colorantes y otros compuestos orgánicos e inorgánicos presentes en las aguas residuales industriales.

Uno de los enfoques más prometedores y novedosos para abordar estos desafíos es el uso de hidróxidos dobles laminares (HDL). Estos materiales, debido a sus propiedades estructurales y fisicoquímicas, tienen un gran potencial en aplicaciones de tratamiento de aguas, ya que pueden adsorber eficientemente diversos contaminantes. La síntesis de los HDL puede realizarse por diferentes métodos entre los que destacan la co-precipitación y la síntesis hidrotermal en reactores HTC (Hydrothermal Carbonization), que permiten obtener materiales con características ideales para la adsorción de contaminantes.

Diversos estudios previos han demostrado la efectividad de los HDL en la eliminación de una amplia gama de contaminantes [1] [2]. Estos trabajos han centrado su atención en la optimización de las condiciones de síntesis para mejorar las propiedades de los materiales tales como el tamaño de partícula, el área superficial específica y la capacidad de adsorción. Sin embargo, a pesar de los avances, existen aún desafíos en cuanto a la mejora de los métodos de síntesis, la recuperación de la eficacia de los materiales en procesos repetitivos y la comparación de los diferentes métodos de obtención [3].

El presente Trabajo de Fin de Grado busca avanzar en esta línea de investigación, explorando ambos métodos de síntesis de HDL, co-precipitación y síntesis hidrotermal en reactores HTC, evaluando a su vez la capacidad de adsorción mediante pruebas experimentales. A través de un diseño experimental, se pretenden determinar las condiciones óptimas de obtención de estos hidróxidos dobles laminares mediante HTC y comparar su eficacia en la depuración de agua con aquellos HDL obtenidos por co-precipitación, y así contribuir al desarrollo de sistemas de tratamiento de aguas residuales más eficientes, sostenibles y de bajo coste.

1.3 Normativas

El tratamiento adecuado de las aguas residuales es un aspecto crítico para la protección del medioambiente y la salud pública. La presencia de contaminantes como metales pesados, nitratos y compuestos orgánicos persistentes en aguas residuales industriales y urbanas representa un riesgo significativo para los ecosistemas y las fuentes de agua potable.

Para mitigar estos impactos, se han establecido diversas normativas que regulan el tratamiento y la calidad del agua antes de su vertido. Estas normativas buscan asegurar que las instalaciones de depuración apliquen métodos eficientes y sostenibles, promoviendo el desarrollo de tecnologías avanzadas como podrían ser aquellas que emplean hidróxidos dobles laminares (HDL) obtenidos mediante síntesis hidrotermal.

Las regulaciones vigentes establecen criterios específicos para el control, tratamiento y descarga de aguas residuales, con el fin de minimizar la contaminación y proteger los recursos hídricos. Entre las más relevantes para este estudio se encuentran:

1. Normativa Internacional (Tratados y Acuerdos)

- **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 [4].
- **Protocolo de 1997 sobre la protección y el uso de los cursos de agua transfronterizos y los lagos internacionales (Convenio de Helsinki) [5]**
Busca prevenir y reducir la contaminación del agua en las cuencas hidrográficas compartidas entre países (Figura 1-1).

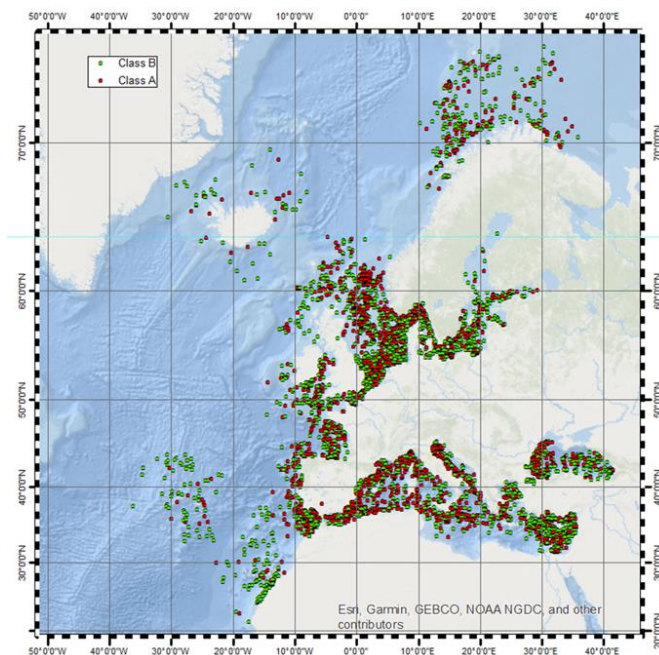


Figura 1-1 Mapa de vertidos mundial 2018 [6]

2. Normativa Europea

- **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 [7].

- **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 [8].

- **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 [8].

- **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 [9].

3. Legislación nacional

- **Directiva 91/271/CEE del Consejo, de 21 de mayo de 1991: "Sobre el tratamiento de las aguas residuales urbanas"**

Esta directiva establece las obligaciones de los Estados miembros de la Unión Europea en materia de recolección, tratamiento y vertido de aguas residuales urbanas. Su principal objetivo es reducir la contaminación causada por los vertidos urbanos e industriales, asegurando que las aguas sean tratadas antes de su descarga en ríos, mares y otros cuerpos de agua naturales [10].

Para ello, la directiva establece los siguientes requisitos fundamentales:

- 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.

- Implementación de tratamientos más avanzados en zonas sensibles, donde la contaminación podría generar efectos adversos graves.
- La correcta aplicación de esta directiva es clave para la protección del medioambiente y ha servido como base para la legislación nacional en España, dando lugar al Real Decreto-Ley 11/1995.
- **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 [11].

Los aspectos más relevantes de este decreto incluyen:

- 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 pre-traten 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 [12].

Los principales criterios utilizados para definir estas zonas incluyen:

- 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.

La importancia de esta resolución radica en que exige tratamientos de depuración más exigentes en determinadas áreas, lo que refuerza la necesidad de utilizar tecnologías avanzadas como los hidróxidos dobles laminares obtenidos por síntesis hidrotermal, capaces de mejorar la eliminación de contaminantes en el tratamiento de aguas residuales.

1.4 Justificación

Este proyecto se propone para desarrollar nuevos métodos que mejoren la eficiencia en la eliminación de contaminantes del agua, específicamente en la adsorción compuestos coloreados por tratarse de compuestos de elevada toxicidad y que aparecen recogidos como parámetros de control técnico-sanitario en el agua de consumo, control y suministro [13]. Adicionalmente, el estudio se ha ampliado para recoger otros dos compuestos, de distinta naturaleza: los nitratos y los metales. Los métodos convencionales suelen ser costosos y no siempre eficientes, lo que resalta la importancia de explorar alternativas más efectivas y accesibles.

En este contexto, los hidróxidos dobles laminares (HDL) han demostrado un gran potencial gracias a sus propiedades estructurales y fisicoquímicas, que los hacen ideales para aplicaciones ambientales.

Sin embargo, aún es necesario optimizar sus métodos de síntesis para maximizar su capacidad de adsorción y para simplificar su forma de síntesis, que supone el mayor inconveniente para su utilización.

Por ello, este estudio se enfoca en la síntesis y caracterización de HDL mediante co-precipitación y síntesis hidrotermal en un reactor HTC. Se ha realizado la comparación con el contaminante modelo previsto inicialmente y el estudio se ha ampliado para evaluar su eficacia en la adsorción de otros cuatro contaminantes. Aunque estas tecnologías no han sido ampliamente implementadas, estudios previos indican que pueden alcanzar eficiencias de eliminación superiores al 90 % en condiciones óptimas, lo que refuerza su potencial para aplicaciones futuras.

1.5 Objetivos

Teniendo en cuenta lo expuesto anteriormente, resulta evidente la necesidad de continuar investigando métodos para la eliminación de contaminantes en las aguas residuales. En este contexto, surge la importancia del presente Trabajo de Fin de Grado cuyos objetivos son los siguientes:

- Optimización de la síntesis de hidróxidos dobles laminares (HDL) mediante carbonización hidrotermal a través del diseño experimental Box-Behnken, con el fin de obtener materiales con mejores propiedades adsorbentes.
- Evaluación de la eficacia adsorbente de los HDL mediante ensayos de adsorción de cinco contaminantes, comparando el desempeño de los materiales obtenidos por ambas técnicas.
- Comparación y análisis de los resultados para determinar cuál de los métodos de síntesis proporciona HDL con mejor rendimiento en la adsorción de contaminantes, contribuyendo así al desarrollo de alternativas eficientes y sostenibles para el tratamiento de aguas residuales.

1.6 Estructura

En cuanto a la elaboración y estructura del trabajo, se busca una presentación clara e intuitiva para facilitar su comprensión. El documento comenzará con una introducción que contextualiza la investigación y expone su propósito.

A continuación, se abordará la problemática de la contaminación del agua, con especial énfasis en la presencia de metales pesados y otros contaminantes inorgánicos. Se describirán las principales fuentes de estos contaminantes y su impacto en los ecosistemas acuáticos y la salud humana. Se prestará particular atención a las aguas residuales industriales, dado que representan una de las principales fuentes de contaminación por metales pesados y compuestos químicos persistentes.

Posteriormente, se analizarán las técnicas actuales para la eliminación de estos agentes contaminantes, destacando los métodos de adsorción y precipitación química. Se hará especial hincapié en el uso de hidróxidos dobles laminares (HDL), en particular la hidrotalcita tipo Mg/Al, sintetizada mediante métodos convencionales y carbonización hidrotermal (HTC), evaluando su eficacia en la adsorción de contaminantes y su potencial como alternativa sostenible en el tratamiento de aguas residuales.

Tras esta revisión del estado del arte, se dará paso a la fase experimental, donde se detallarán los procedimientos utilizados. Se iniciará con la síntesis de los hidróxidos dobles laminares (HDL) mediante la forma tradicional y el método optimizado de síntesis hidrotermal y finalmente se describirán los ensayos de adsorción realizados con los contaminantes estudiados.

Seguidamente, se presentarán y analizarán los resultados obtenidos, proporcionando una justificación y explicación detallada de los mismos.

Por último, se expondrán las conclusiones derivadas de los hallazgos, y en caso de ser pertinente, se incluirán propuestas para futuras líneas de investigación.

2 ESTADO DEL ARTE

2.1 Importancia del tratamiento de aguas y tecnologías actuales

2.1.1 Problemática de la contaminación de aguas

Garantizar el acceso al agua potable sigue siendo un desafío urgente a nivel mundial ya que, aunque el agua cubre gran parte del planeta, solo una pequeña porción es realmente utilizable por las personas. Sin embargo, esta pequeña cantidad de agua dulce se encuentra amenazada por la contaminación generada por actividades industriales, agrícolas y domésticas. La presencia de contaminantes en el agua, tales como metales pesados, colorantes, productos químicos y materia orgánica, representa un riesgo significativo para la salud humana y los ecosistemas [14].

Según la Organización de las Naciones Unidas (ONU), alrededor del 80 % de las aguas residuales generadas en el mundo son vertidas sin tratamiento adecuado, lo que agrava la crisis hídrica y contribuye a la propagación de enfermedades (Figura 2-1). La contaminación del agua no solo afecta a la calidad de vida de las personas, sino que también tiene un impacto negativo en sectores clave como la agricultura, la pesca y la industria [15].

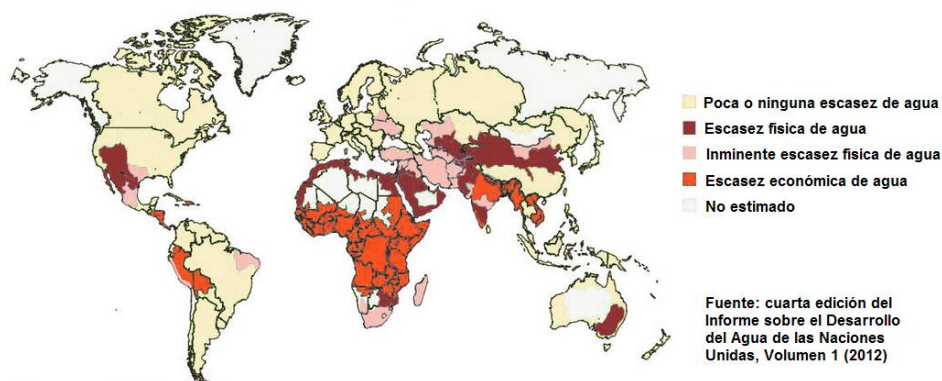


Figura 2-1 Escasez física y económica del agua por país (2012) [16]

2.1.2 Necesidad del tratamiento de aguas residuales

El tratamiento de aguas residuales es fundamental para minimizar el impacto ambiental de los vertidos industriales y domésticos. Su objetivo principal es la eliminación de sustancias contaminantes mediante procesos físicos, químicos y biológicos que permitan la reutilización o el vertido seguro de estas aguas al medio ambiente [17].

Las principales razones por las cuales el tratamiento de aguas es una necesidad imperante incluyen:

- Protección de la salud pública: la contaminación del agua es un vector de enfermedades como el cólera, la fiebre tifoidea y la diarrea, que afectan principalmente a poblaciones con acceso limitado a agua potable [18].
- Conservación de los ecosistemas acuáticos: la acumulación de contaminantes en cuerpos de agua naturales puede generar fenómenos como la eutrofización, afectando la biodiversidad y reduciendo la disponibilidad de oxígeno para la vida acuática [19].
- Cumplimiento normativo: existen regulaciones internacionales y locales que establecen límites en la cantidad de contaminantes permitidos en los vertidos industriales.
- Reutilización del agua: con el aumento de la demanda de agua y el cambio climático, la reutilización del agua tratada se ha convertido en una alternativa viable para sectores industriales y agrícolas [20].

2.1.3 Tecnologías actuales en el tratamiento de aguas

En la actualidad, existen diversas tecnologías para el tratamiento de aguas residuales, que se pueden clasificar en tres categorías principales:

1. Procesos físicos: incluyen métodos como la sedimentación, filtración y flotación. Se utilizan para la eliminación de sólidos en suspensión y partículas más grandes.
2. Procesos químicos: se basan en la aplicación de productos químicos para la eliminación de contaminantes específicos. Ejemplos incluyen la precipitación química, la oxidación avanzada con peróxido de hidrógeno (H_2O_2) y la neutralización de ácidos y bases.
3. Procesos biológicos: emplean microorganismos para la degradación de materia orgánica en el agua. Los más utilizados son los sistemas de lodos activados, los reactores anaeróbicos y los biofiltros.

Recientemente, han surgido tecnologías innovadoras enfocadas en mejorar la eficiencia del tratamiento de aguas y reducir su impacto ambiental. Entre ellas se encuentra el uso de hidróxidos dobles laminares (HDL) como adsorbentes de contaminantes, una técnica prometedora debido a su alta capacidad de retención de metales pesados y otros compuestos tóxicos. Adicionalmente, los procesos de carbonización hidrotermal (HTC) han demostrado ser una alternativa efectiva para la síntesis de HDL optimizados, ofreciendo una nueva perspectiva en el tratamiento de aguas residuales [21].

2.2 Hidróxidos dobles laminares (HDL) e Hidrotalcita tipo Mg/Al

2.2.1 Definición y estructura de los HDL

Los Hidróxidos Dobles Laminares (HDL) son una familia de materiales aniónicos laminares con una estructura similar a la brucita, compuesta por capas de hidróxidos metálicos con intercalación de aniones entre ellas. Estos materiales han sido ampliamente estudiados debido a su versatilidad y su capacidad para intercambiar aniones de manera controlada, lo que los hace útiles en aplicaciones medioambientales, catalíticas y biomédicas.

Dentro de los HDL, la hidrotalcita Mg/Al es un compuesto particular formado por magnesio y aluminio con aniones carbonato intercalados en su estructura [22]. La presencia de estos aniones en la fase interlamina contribuye a su capacidad de adsorción de diversos contaminantes, ya que puede intercambiarlos con aniones presentes en disoluciones acuosas contaminadas. Este material presenta una alta estabilidad térmica y química, lo que facilita su empleo en diversos entornos industriales y científicos.

La síntesis de la hidrotalcita puede realizarse mediante diversos métodos, incluyendo la co-precipitación o la carbonización hidrotermal (HTC) entre otros. En particular, la HTC ha demostrado ser un método prometedor para obtener materiales con propiedades mejoradas, ya que permite ajustar el tamaño de partícula, la porosidad y la distribución de los aniones interlaminares de manera más precisa. Esta flexibilidad en la síntesis ha permitido desarrollar variantes de hidrotalcita con propiedades específicas adaptadas a necesidades particulares en el tratamiento de aguas, la catálisis y otras aplicaciones avanzadas [23].

Desde el punto de vista estructural, los HDL presentan una disposición ordenada en capas, donde los cationes metálicos octaédricos forman hojas bidimensionales conectadas por puentes de hidrógeno con los aniones interlaminares. Esta disposición confiere una alta estabilidad mecánica y química, permitiendo que los HDL conserven su funcionalidad incluso bajo condiciones extremas de temperatura y pH [24].

2.2.2 Propiedades fisicoquímicas de la hidrotalcita

La hidrotalcita destaca por su combinación única de propiedades fisicoquímicas que la convierten en un material de gran interés para aplicaciones medioambientales. Entre sus principales propiedades se encuentran [25]:

- Alta capacidad de adsorción: Su estructura laminada y su elevada área superficial permiten la retención de contaminantes como metales pesados, colorantes y fármacos presentes en aguas residuales.
- Reversibilidad en la adsorción: En función del pH y la concentración de aniones en disolución, la hidrotalcita puede liberar los iones previamente adsorbidos, lo que facilita su regeneración y reutilización en procesos de adsorción.
- Compatibilidad con procesos hidrotermales: La hidrotalcita puede ser sintetizada y modificada mediante tratamientos hidrotermales que mejoran su capacidad de adsorción y estabilidad estructural.
- Estabilidad térmica y química: Este material mantiene su estructura y funcionalidad incluso en condiciones de temperatura elevada y en ambientes ácidos o básicos, lo que lo hace adecuado para aplicaciones industriales exigentes.
- Superficie específica elevada: La morfología laminar de la hidrotalcita contribuye a su gran área superficial, lo que favorece una mayor interacción con los contaminantes presentes en el medio acuoso o gaseoso [26].

Además, la hidrotalcita presenta una notable resistencia mecánica y estabilidad en procesos de regeneración, permitiendo su reutilización en múltiples ciclos de adsorción-desorción sin una reducción significativa en su rendimiento. Esta característica resulta particularmente relevante en aplicaciones de tratamiento de aguas, donde la eficiencia y sostenibilidad de los materiales adsorbentes es un factor determinante en su viabilidad económica y ambiental [27].

2.2.3 Aplicaciones ambientales

El uso de hidrotalcita en aplicaciones ambientales ha sido estudiado anteriormente debido a su versatilidad y eficacia en la eliminación de contaminantes. Algunas de sus aplicaciones más relevantes incluyen [28]:

- Tratamiento de aguas residuales: Se ha demostrado que la hidrotalcita es eficaz en la eliminación de contaminantes como metales pesados (plomo, cadmio y mercurio), colorantes industriales y residuos farmacéuticos, proporcionando una alternativa sostenible y económica a los tratamientos convencionales [29] [30].

- Captura de CO₂: Su capacidad de adsorción de dióxido de carbono la convierte en un material atractivo para la mitigación de gases de efecto invernadero, lo que podría tener un impacto positivo en la reducción del calentamiento global [31].
- Eliminación de colorantes y compuestos orgánicos: Su porosidad y capacidad de intercambio iónico han sido empleadas en la eliminación de colorantes sintéticos y otros contaminantes emergentes presentes en aguas residuales.
- Aplicaciones en la industria farmacéutica: Se ha estudiado su uso en la liberación controlada de fármacos, lo que mejora la estabilidad de los compuestos y su biodisponibilidad en aplicaciones biomédicas.
- Precursores de catalizadores: Debido a su estabilidad térmica y capacidad para modificar superficies activas, la hidrotalcita ha sido utilizada en la fabricación de catalizadores para reacciones químicas en la industria petroquímica y ambiental.

2.2.4 Mecanismos de adsorción de contaminantes

Los mecanismos por los cuales la hidrotalcita y otros HDL eliminan contaminantes del agua incluyen:

1. Intercambio iónico: Sustitución de aniones del espacio interlaminar por contaminantes presentes en el medio acuoso, lo que permite la captura selectiva de ciertas especies químicas.
2. Adsorción superficial: Retención de contaminantes en la superficie del material a través de interacciones electrostáticas y enlaces de hidrógeno.
3. Precipitación de hidróxidos metálicos: Formación de compuestos insolubles en la superficie del HDL cuando se alcanzan condiciones de sobresaturación, favoreciendo la inmovilización de metales pesados.
4. Quimisorción: Formación de enlaces covalentes o coordinados entre el contaminante y la superficie del HDL, lo que incrementa la estabilidad del proceso de adsorción y mejora su eficacia.
5. Modificación estructural: Mediante tratamientos térmicos y químicos, la estructura de los HDL puede ajustarse para mejorar su rendimiento en la eliminación de contaminantes específicos, lo que permite adaptar el material a diferentes aplicaciones industriales y ambientales [32].

2.3 Métodos de síntesis de la hidrotalcita

2.3.1 Co-precipitación: método tradicional

La co-precipitación es el método más ampliamente utilizado para la síntesis de hidrotalcita debido a su simplicidad y facilidad de control. Este proceso se basa en la mezcla de disoluciones acuosas que contienen cationes metálicos como Mg²⁺ y Al³⁺ en una relación estequiométrica adecuada, seguida de la adición controlada de un agente precipitante, como hidróxido de sodio (NaOH) o carbonato de sodio (Na₂CO₃).

El pH del medio juega un papel crucial en este método, ya que influye directamente en la formación y estabilidad de la fase hidrotalcita. Generalmente, se trabaja en un rango de pH entre 9 y 11 para favorecer la formación de capas laminares ordenadas. Tras la precipitación, el material obtenido se somete a procesos de envejecimiento, lavado y secado para mejorar sus propiedades estructurales y eliminar impurezas residuales.

A pesar de su eficiencia, la co-precipitación presenta ciertas limitaciones, como la dificultad en el control del tamaño de partícula y la tendencia a la formación de fases secundarias, lo que puede afectar la pureza y reactividad del material final.

Una variación de la co-precipitación consiste en la utilización de precursores modificados, como sales metálicas estabilizadas con agentes complejantes, que permiten obtener partículas más homogéneas y con mayor estabilidad térmica. Además, el uso de surfactantes durante la precipitación puede mejorar el control del tamaño de partícula y reducir la aglomeración de los cristales.

Otros estudios han demostrado que el ajuste de la velocidad de adición del agente precipitante influye en la distribución del tamaño de partícula. Una adición más lenta favorece la formación de estructuras más homogéneas y con menor presencia de defectos cristalinos, lo que puede ser clave en aplicaciones donde se requiera una alta pureza.

Otro aspecto relevante en este proceso es la temperatura de la reacción. Si bien la mayoría de las síntesis por co-precipitación se realizan a temperatura ambiente, investigaciones recientes han demostrado que un leve incremento en la temperatura del medio de reacción puede mejorar la nucleación de partículas y reducir la formación de agregados indeseados [33].

2.3.2 Síntesis hidrotermal: principios básicos

La síntesis hidrotermal ha surgido como una alternativa eficaz para la producción de hidrotalcita con propiedades mejoradas. Este método implica la reacción de los precursores en un medio acuoso bajo condiciones de alta temperatura (generalmente entre 100 y 250 °C) y presión en un reactor cerrado, lo que permite un mayor control sobre la morfología y la distribución de tamaño de las partículas obtenidas.

Uno de los principales beneficios de la síntesis hidrotermal es la mejora en la cristalinidad y la pureza del producto, debido a la mayor homogeneización de los reactantes en el medio líquido. Además, este método reduce la formación de fases no deseadas y proporciona materiales con una mayor estabilidad térmica y química [33].

El tiempo de reacción, la concentración de reactivos y la temperatura son variables críticas en este proceso. Se ha demostrado que tiempos de reacción prolongados pueden favorecer el crecimiento de cristales más ordenados y con mayor área superficial, características deseables para aplicaciones de adsorción y catálisis.

Un aspecto clave en la síntesis hidrotermal es el tipo de reactor utilizado. Los reactores convencionales operan en lotes, lo que limita la escalabilidad del proceso. Sin embargo, en años recientes se ha desarrollado la tecnología de flujo continuo, que permite la producción de hidrotalcitas con características más controladas y uniformes.

Otra mejora en esta técnica es el uso de agentes templantes, que permiten modificar la porosidad y el tamaño de partícula del material final. Los templantes orgánicos, como las cetonas o los polímeros estructurales, pueden favorecer la formación de materiales con propiedades texturales mejoradas [42].

Adicionalmente, el ajuste de la presión dentro del reactor hidrotermal puede tener un impacto significativo en la estructura del material. Aumentos en la presión favorecen la formación de partículas más cristalinas y homogéneas, reduciendo la presencia de defectos estructurales que pueden comprometer la estabilidad de la hidrotalcita obtenida.

2.3.3 Factores que afectan al proceso de síntesis de la hidrotalcita

- pH de la reacción: Como se mencionó anteriormente, el pH es un parámetro crítico en la síntesis de hidrotalcita, afectando la composición química y la estructura cristalina.
- Relación molar Mg/Al: Variaciones en esta relación pueden alterar la estabilidad y la capacidad de intercambio iónico del material resultante.
- Temperatura de síntesis: En métodos hidrotermales, temperaturas más altas favorecen una mejor cristalinidad, pero pueden provocar el colapso de la estructura laminar si no se controlan adecuadamente.
- Tiempo de reacción: En tiempos más prolongados se logra una mayor homogeneización de los reactantes y una distribución de tamaño de partícula más uniforme.

- Velocidad de agitación: En la co-precipitación, una agitación adecuada puede evitar la aglomeración de partículas y mejorar la homogeneidad del material obtenido.
- Presión en síntesis hidrotermal: A presiones más altas se pueden obtener partículas más cristalinas y homogéneas, con menos defectos estructurales.
- Uso de aditivos estructurantes: Algunas investigaciones han demostrado que la adición de ciertos compuestos químicos puede mejorar la porosidad y el rendimiento adsorbente de la hidrotalcita.

Estos factores deben ser cuidadosamente optimizados para obtener hidrotalcita con propiedades adecuadas para aplicaciones específicas en tratamiento de aguas, captura de CO₂ y catálisis.

2.4 Tecnología de carbonización hidrotermal (HTC)

2.4.1 Introducción a la carbonización hidrotermal

La carbonización hidrotermal (HTC, por sus siglas en inglés) es una tecnología emergente que ha sido ampliamente estudiada en los últimos años para la conversión de biomasa y síntesis de materiales avanzados. Se trata de un proceso que imita la formación natural del carbón bajo condiciones controladas de temperatura y presión en medios acuosos.

El proceso HTC se desarrolla en condiciones de temperatura moderada (180-250 °C) y presión autogenerada en un reactor cerrado. Bajo estas condiciones, la biomasa o los precursores inorgánicos experimentan una serie de reacciones de hidrólisis, condensación y deshidratación, lo que da como resultado la formación de productos carbonizados con propiedades fisicoquímicas mejoradas.

Una de las aplicaciones clave del HTC es la síntesis de hidróxidos dobles laminares (HDL) con estructuras mejoradas y un control más preciso sobre sus propiedades texturales. Este método permite la formación de HDL con mayor área superficial y estabilidad térmica en comparación con los métodos convencionales. Además, el HTC facilita la eliminación de impurezas orgánicas y la mejora de la porosidad, lo que contribuye a una mayor eficiencia en aplicaciones ambientales y catalíticas.

Otro aspecto relevante del HTC es su capacidad para procesar una amplia variedad de materias primas, incluyendo residuos agrícolas, biomasa lignocelulósica y compuestos inorgánicos, lo que lo convierte en una alternativa sostenible para la producción de materiales funcionales [34].

2.4.2 Principios del reactor HTC en la síntesis de HDL

El reactor HTC es el equipo central en este proceso y su diseño juega un papel crucial en la eficiencia de la síntesis. Existen diferentes tipos de reactores empleados en la carbonización hidrotermal, siendo los más comunes los reactores de autoclave en lotes y los reactores de flujo continuo.

Los reactores de autoclave operan en condiciones de alta presión generada por la propia evaporación del agua en el sistema cerrado. Esto favorece una conversión eficiente de los precursores, promoviendo la reestructuración de las capas de los HDL y facilitando la intercalación de aniones específicos. Además, estos reactores permiten controlar de manera precisa variables clave como la temperatura y la presión, asegurando una síntesis reproducible y optimizada.

Por otro lado, los reactores de flujo continuo presentan ventajas en términos de escalabilidad y control de la cinética de reacción. Estos sistemas permiten una alimentación continua de los reactivos, asegurando una síntesis homogénea y una mayor reproducibilidad del proceso. También se ha demostrado que la configuración de flujo continuo minimiza la formación de subproductos no deseados y mejora la eficiencia de la conversión de los precursores en materiales finales [35].

Un aspecto fundamental en el diseño de los reactores HTC es la capacidad de optimizar la eficiencia energética del proceso. Se han desarrollado nuevos materiales para el recubrimiento interno de los reactores, reduciendo la pérdida de calor y mejorando la eficiencia térmica del sistema.

2.4.3 Variables operativas en el proceso HTC

El proceso de carbonización hidrotermal depende de varias variables operativas que afectan la estructura y propiedades de los materiales obtenidos. Entre las variables más relevantes se encuentran:

- **Temperatura de reacción:** A mayor temperatura, se favorecen procesos de deshidratación y condensación, lo que impacta en la porosidad y cristalinidad del material final. Se ha demostrado que temperaturas superiores a 220 °C promueven la formación de HDL con estructuras más organizadas y homogéneas.
- **Tiempo de residencia:** Un tiempo de reacción más prolongado permite una conversión más completa de los precursores, generando materiales con mejor estructuración laminar. Sin embargo, tiempos excesivos pueden inducir una sobrecarbonización, reduciendo la reactividad del material.
- **Presión interna del reactor:** La presión generada por la evaporación del agua afecta la compactación de las capas de los HDL y su estabilidad estructural. En condiciones óptimas, una presión controlada mejora la intercalación de aniones y la estabilidad del material final.
- **Composición química de los precursores:** La naturaleza de los reactivos influye en la distribución de los aniones interlaminares y en la estabilidad térmica del producto final. Se ha reportado que precursores ricos en metales de transición pueden mejorar la actividad catalítica de los HDL sintetizados por HTC.
- **Relación entre sólido/líquido:** Un control adecuado de esta relación es fundamental para optimizar la reactividad y la formación de fases cristalinas estables. En general, una relación baja favorece una mayor dispersión de los precursores en la solución, mejorando la uniformidad del producto final.
- **Tipo de agente intercalante:** La elección de aniones específicos en la solución inicial permite modular las propiedades de los HDL, mejorando su capacidad de adsorción y reactividad superficial. Investigaciones recientes han mostrado que la introducción de aniones orgánicos puede conferir propiedades funcionales adicionales a los materiales obtenidos.

2.4.4 Comparación con otros métodos de síntesis

La carbonización hidrotermal presenta varias ventajas en comparación con los métodos tradicionales de síntesis de HDL. A continuación, se presenta una tabla comparativa (Tabla 2-1):

Característica	HTC	Co-precipitación
Temperatura	Alta (180-250 °C)	Baja (25-80 °C)
Presión	Autogenerada	Atmosférica
Pureza	Alta, menor presencia de impurezas	Moderada, posible formación de impurezas
Escalabilidad	Alta en reactores de flujo continuo	Alta, proceso económico
Morfología	Estructura homogénea y estable	Irregular, distribución variada
Coste	Medio	Bajo
Aplicaciones	Materiales avanzados, adsorbentes	Tratamiento de aguas, catalizadores

Tabla 2-1 Cuadro resumen de comparación de métodos [36] [37]

En comparación con la co-precipitación, el HTC proporciona ventajas en términos de control de estructura, estabilidad térmica y escalabilidad del proceso [26]. Además, permite la obtención de materiales con características personalizadas mediante la variación de los parámetros operativos. Se ha demostrado que el HTC puede generar HDL con propiedades avanzadas para aplicaciones en remediación ambiental, catálisis heterogénea y almacenamiento de energía [27].

2.5 Diseño experimental en la síntesis de hidrotalcita

2.5.1 Diseño Box-Behnken

El diseño experimental es una herramienta clave en la optimización de procesos químicos y de síntesis de materiales, permitiendo mejorar la reproducibilidad y la eficiencia del procedimiento. En la síntesis de la hidrotalcita, el diseño Box-Behnken resulta apropiado debido a su capacidad para evaluar interacciones entre variables con un número reducido de experimentos.

El diseño Box-Behnken es un método basado en la teoría de superficies de respuesta y es una alternativa eficiente a otros métodos factoriales completos. Se utiliza principalmente cuando se desea optimizar variables de proceso como la temperatura, la relación molar de reactivos y el tiempo de reacción sin necesidad de realizar un número excesivo de experimentos [38].

Este diseño experimental se construye mediante la combinación de tres niveles de cada variable, generando un conjunto de puntos experimentales distribuidos de manera óptima dentro del espacio de diseño. En la síntesis de hidrotalcita mediante carbonización hidrotérmica se han identificado variables críticas tales como la temperatura de síntesis y el tiempo de reacción como factores fundamentales a estudiar.

La aplicación del diseño Box-Behnken permite realizar análisis estadísticos avanzados, como el análisis de varianza (ANOVA), para determinar la significancia de cada variable en la respuesta del sistema. Además, se pueden generar modelos matemáticos predictivos que describen la relación entre las variables y las propiedades del material sintetizado. Esto permite establecer condiciones óptimas para la síntesis de hidrotalcita con características específicas, como mayor estabilidad térmica o mayor área superficial.

La ventaja de este diseño radica en la reducción del número de ensayos necesarios en comparación con los diseños factoriales completos, manteniendo una alta precisión en la optimización de los parámetros experimentales. La implementación de herramientas computacionales para el ajuste de modelos matemáticos también ha favorecido el uso del diseño Box-Behnken en investigaciones recientes sobre materiales avanzados [39].

2.5.2 Parámetros clave en el diseño experimental

En el contexto de la síntesis de hidrotalcita, varios parámetros juegan un papel determinante en la calidad del material obtenido. La optimización de estos parámetros mediante el diseño experimental no solo permite obtener productos con mejores propiedades, sino que también reduce costes y mejora la eficiencia del proceso. A continuación, se detallan los principales parámetros a considerar [40]:

- **Temperatura de síntesis:** La temperatura influye en la cinética de cristalización y en la estabilidad estructural del material. Temperaturas más altas favorecen la formación de partículas con mayor cristalinidad, pero pueden inducir descomposición térmica de algunas fases intermedias. Se ha demostrado que una temperatura controlada en el rango óptimo de 180-220 °C favorece la formación de hidrotalcitas con alta pureza y estabilidad estructural.
- **pH del medio de reacción:** Un pH controlado es fundamental para regular la solubilidad de los precursores y la velocidad de nucleación de la hidrotalcita. Valores extremos de pH pueden generar impurezas y alterar la estructura laminar del material. Estudios recientes han

determinado que un pH entre 9 y 11 favorece la síntesis de hidrotalcita con una morfología bien definida y mayor área superficial.

- Relación molar de reactivos: La proporción de metales en la solución inicial afecta la estequiometría de la hidrotalcita y su capacidad de intercambio aniónico. Diseños experimentales previos han demostrado que ciertas relaciones Mg/Al o Zn/Al optimizan la adsorción de contaminantes. Esta relación también influye en la estabilidad química del material y su eficiencia en aplicaciones de remediación ambiental.
- Tiempo de reacción: Períodos de reacción más largos permiten una mayor reorganización de las capas laminares y la eliminación de impurezas, pero tiempos excesivos pueden provocar reacciones secundarias no deseadas. Investigaciones han demostrado que tiempos entre 6 y 12 horas proporcionan materiales con alta cristalinidad sin pérdida significativa de estructura laminar.
- Concentración de aniones intercalantes: La presencia de aniones específicos durante la síntesis de hidrotalcita influye en sus propiedades de adsorción y reactividad superficial. La intercalación de aniones como carbonato, nitrato o fosfato ha sido estudiada en diversos diseños experimentales para optimizar la selectividad del material en aplicaciones ambientales.

2.6 Aplicaciones y estudios previos

2.6.1 Aplicaciones en el tratamiento de aguas

La hidrotalcita, como material representativo de los hidróxidos dobles laminares (HDL), ha sido ampliamente utilizada en el tratamiento de aguas debido a su excelente capacidad de adsorción y su versatilidad química. Su estructura laminar permite el intercambio aniónico, lo que la convierte en un adsorbente altamente eficaz para la eliminación de especies contaminantes en soluciones acuosas.

Entre sus aplicaciones más destacadas se encuentra la eliminación de metales pesados como plomo (Pb^{2+}), cadmio (Cd^{2+}), mercurio (Hg^{2+}) y zinc (Zn^{2+}), así como la retención de aniones como nitratos, fosfatos y fluoruros. También ha demostrado gran eficiencia en la adsorción de colorantes sintéticos, especialmente los provenientes de aguas residuales industriales, como las del sector textil, cosmético y farmacéutico.

Otra ventaja significativa es su selectividad hacia determinados contaminantes, que permite emplearla en sistemas de depuración donde se requiere una eliminación dirigida. Además, la hidrotalcita puede regenerarse mediante tratamientos de desorción química o térmica, lo que la convierte en una solución sostenible y económicamente viable. En los últimos años, se ha extendido su uso en combinación con otras tecnologías como membranas activas o materiales compuestos, aumentando así su rendimiento en sistemas de filtración avanzada [41].

2.6.2 Estudios recientes sobre hidrotalcita y HTC

En el contexto de la investigación actual, la síntesis hidrotermal de hidrotalcita ha ganado protagonismo frente a métodos convencionales como la co-precipitación, debido a la mejora en la calidad estructural y funcional de los materiales obtenidos. El uso de reactores HTC permite una mayor homogeneidad en la cristalización del sólido, mejorando propiedades clave como el área superficial, la estabilidad térmica y la porosidad. Recientes investigaciones han demostrado que la hidrotalcita sintetizada mediante HTC presenta una estructura cristalina más homogénea y porosa, lo que favorece la captura de iones en soluciones acuosas. Esto se traduce en una mayor eficiencia en la eliminación de metales pesados y compuestos orgánicos persistentes en comparación con otros métodos de síntesis convencionales, como la co-precipitación.

La aplicación de hidrotalcita sintetizada mediante HTC ha demostrado resultados positivos en procesos de eliminación de colorantes como naranja de metilo y violeta cristal, especialmente cuando se combina con técnicas de oxidación avanzada. La sinergia entre estos métodos permite no solo la

adsorción, sino también la degradación de los contaminantes orgánicos, incrementando la eficiencia global del tratamiento [29].

Por otro lado, se profundiza en la influencia de parámetros como la relación molar de metales, el tiempo de síntesis y la temperatura sobre el rendimiento del material. A través del diseño experimental y la caracterización mediante técnicas como BET, DRX y FTIR, se concluye que la síntesis hidrotermal permite obtener hidrotalcitas con una morfología más definida y mayor capacidad de retención de contaminantes específicos, como el ibuprofeno o los fosfatos [30] [42].

Asimismo, los estudios recientes destacan la posibilidad de reutilización del material tras procesos de regeneración química, lo que refuerza el interés en la hidrotalcita como alternativa sostenible y de bajo coste en el tratamiento de aguas industriales y urbanas. La tendencia actual de la investigación apunta también hacia la funcionalización selectiva del material mediante aniones modificadores, abriendo nuevas vías para el diseño de adsorbentes altamente específicos.

2.6.3 Tendencias futuras en la investigación

En los últimos años se han propuesto nuevas ideas para seguir mejorando el uso de hidrotalcitas en el tratamiento de aguas. Una de ellas es combinar la hidrotalcita con otros materiales, como nanopartículas de óxido de grafeno o dióxido de titanio, con el objetivo de aumentar su capacidad de eliminación de contaminantes, sobre todo los más difíciles de degradar [19].

También se está trabajando en mejorar el proceso de síntesis hidrotermal utilizando residuos de biomasa como materia prima. Esto permitiría fabricar hidrotalcitas de forma más sostenible y con menor impacto ambiental.

Por último, una línea de trabajo interesante es el uso de programas de simulación por ordenador para predecir cómo se comporta la hidrotalcita al estar en contacto con distintos contaminantes. Esto ayudaría a ajustar mejor las condiciones de síntesis y mejorar su eficacia en casos concretos.

3 DESARROLLO DEL TFG

3.1 Producción de hidrotalcita por co-precipitación

3.1.1 Preparación de disoluciones

Para obtener la estructura de HDL (hidrotalcita), es necesario preparar dos disoluciones: una que contenga el anión interlamilar (a partir de nitrato de aluminio y nitrato de magnesio) y otra que incluya cationes metálicos (derivada del carbonato de sodio). Los reactivos empleados en este procedimiento fueron hidróxido de sodio (NaOH), nitrato de magnesio ($Mg(NO_3)_2$), nitrato de aluminio ($Al(NO_3)_3$) y carbonato de sodio (Na_2CO_3).

El primer paso es la creación de una disolución con el anión interlamilar, con una concentración de 0,7 mol/L y una relación de cationes de 3:1. Los cálculos fueron los siguientes:

$$0,7 \frac{mol}{L} \times 0,5 L = 0,35 mol$$

Aplicando la proporción 3:1 se obtendrían 0,2625 moles de $Mg(NO_3)_2$ y 0,0875 moles de $Al(NO_3)_3$.

El siguiente paso es calcular el peso de cada compuesto a partir de sus pesos moleculares.

$$0,2625 mol Mg(NO_3)_2 \times 256,41 \frac{g}{mol} = 67,305 g Mg(NO_3)_2$$

$$0,0875 mol Al(NO_3)_3 \times 375,13 \frac{g}{mol} = 32,82 g Al(NO_3)_3$$

Como se puede observar, los 0,2625 moles de $Mg(NO_3)_2$ se corresponden con 67,305 g a los que se les añade 0,5 L de agua destilada para formar la disolución. Este proceso se hace de igual manera con los 0,0875 moles de $Al(NO_3)_3$, que corresponden con 32,82 g, para así formar la disolución.

Para garantizar que las mezclas sean homogéneas, cada disolución se vierte en un vaso de precipitado y se coloca en un agitador magnético a una velocidad de 400 rpm durante aproximadamente 5 minutos, hasta alcanzar la total disolución de ambos compuestos.

El siguiente paso consiste en la elaboración de la disolución de carbonato de sodio de 0,879 mol/L. Para ello se hicieron los siguientes cálculos:

$$0,879 \frac{mol Na_2CO_3}{L} \times 0,5 L = 0,4395 mol Na_2CO_3$$

$$0,4395 \text{ mol } Na_2CO_3 \times 106 \frac{g}{mol} = 46,58 \text{ g } Na_2CO_3$$

Los 0,879 mol de Na_2CO_3 se corresponden con los 46,6 g a los que se le añade 0,5 L de agua destilada, dando lugar así a la disolución. Al igual que en el caso anterior, se utilizó un agitador magnético a una velocidad de 400 rpm durante unos 5 minutos, consiguiendo que la mezcla quede homogénea.

El paso final es formar la disolución de hidróxido de sodio de 1,75 mol/L para poder ajustar el pH en unos valores que oscilan entre $10 \pm 0,2$ durante el proceso de mezcla. Los cálculos son los siguientes:

$$1,75 \frac{mol \text{ NaOH}}{L} \times 403 \text{ mL} = 0,705 \text{ mol NaOH}$$

$$0,705 \text{ mol NaOH} \times 40 \frac{g}{mol} = 28,2 \text{ g NaOH}$$

Los 0,705 mol de NaOH se corresponden con 28,2 g, a los que se le añade 403 mL de agua destilada creándose la disolución. También fue necesario la utilización del agitador magnético a 400 rpm durante 5 minutos, consiguiendo así la homogenización de la mezcla.

3.1.2 Precipitación/Formación de hidrotalcita

Para lograr la construcción de la estructura tridimensional, es necesario un goteo gradual de los cationes, alrededor de 1 mL/min. Asimismo, durante todo el procedimiento, se debe mantener una agitación constante de 300 rpm, y se debe supervisar su control en todo momento, el valor del pH debe mantenerse en el rango de 9,8 a 10,2. Las mediciones se realizaron de manera continua utilizando el medidor de pH modelo EdgePH de la empresa HANNA.

La disposición completa del montaje se puede observar en la Figura 3-1:



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

Al finalizar la agitación, se dejó reposar la mezcla durante 24 horas para permitir el ordenamiento de la estructura laminar. Durante este tiempo, la disolución resultante se mantuvo cubierta para garantizar su conservación y prevenir cualquier posible contaminación.

Tras el período de reposo, se empezó a filtrar el sólido al vacío utilizando un matraz Kitasato (Figura 3-2). El proceso consistió en conectar el matraz al grifo para la realización de vacío, colocar un papel de

filtro en el embudo Büchner y comenzar el proceso de filtración. Mientras se vertía la disolución junto con el sólido sobre el papel de filtro, se empleó una varilla para concentrar la mayor cantidad de producto en el centro del filtro, evitando que se extendiera hacia los extremos y minimizando así posibles pérdidas.

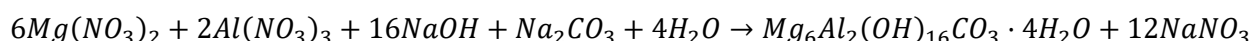
Posteriormente, el sólido retenido en el filtro fue sometido a una serie de lavados con agua destilada hasta reducir el pH a un valor de 8,5, eliminando de esta manera el exceso de iones hidroxilo presentes en la HDL.



Figura 3-2 Embudo Büchner/Sistema Kitasato [Autoría propia]

El secado del producto se llevó a cabo en una estufa a 100 °C durante 24 horas (Figura 3-3). Posteriormente, el material fue homogeneizado utilizando un mortero de laboratorio (Figura 3-4). Como resultado final, se obtuvieron 24,05 g de hidrotalcita, que representa un rendimiento del 91 % (Figura 3-5).

Para el cálculo del rendimiento se considera la reacción global de formación de la hidrotalcita:



La cantidad estequiométrica de nitrato de magnesio es:

$$0,625 \text{ moles } Mg(NO_3)_2 \cdot \frac{1 \text{ mol } Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O + 12NaNO_3}{6 \text{ mol } Mg(NO_3)_2} \cdot 604,0 \frac{g}{\text{mol HDL}} = 26,425 \text{ g teóricos}$$

Como se han obtenido realmente 24 gramos, el rendimiento global de proceso es:

$$\frac{24 \text{ g}}{26,425} \times 100 = 91\%$$

El rendimiento obtenido en la síntesis de hidrotalcita indica una excelente eficiencia del proceso, muy próxima al valor teórico. Este resultado confirma que las condiciones experimentales empleadas fueron adecuadas y que la formación del compuesto se realizó de forma efectiva, con mínimas pérdidas de material.



Figura 3-3 Secado de la HDL mediante la estufa [Autoría propia]



Figura 3-4 Homogenización de HDL con un mortero [Autoría propia]

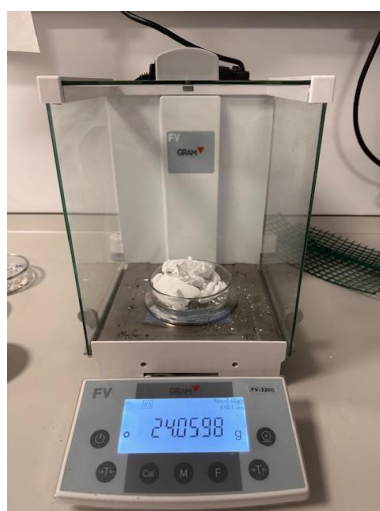


Figura 3-5 Peso de la HDL mediante la báscula [Autoría propia]

3.2 Síntesis hidrotermal de hidrotalcita

3.2.1 Definición parámetros experimentales

El primer paso en el proceso de síntesis hidrotermal consiste en la definición de los parámetros experimentales, los cuales determinarán las condiciones óptimas para la obtención de hidrotalcita con características estructurales y fisicoquímicas adecuadas. Para este propósito, se ha utilizado la herramienta estadística Statistica Academic (TIBCO®), una aplicación diseñada para la planificación y optimización de experimentos en función de variables predefinidas.

En este estudio, se han identificado dos variables clave que influyen significativamente en la síntesis hidrotermal: la temperatura de reacción (°C) y el tiempo de síntesis (h).

Ambas variables han sido categorizadas en tres niveles de estudio, los cuales han sido asignados en función de un diseño codificado que permite evaluar la influencia de cada parámetro dentro de un intervalo específico. Este enfoque facilita la identificación de posibles interacciones entre los factores y su impacto en las propiedades finales del material sintetizado.

El esquema experimental se ha estructurado de la siguiente manera (Tabla 3-1):

Nivel -1: Representa las condiciones mínimas dentro del rango experimental seleccionado, con una temperatura de 80 °C y un tiempo de reacción de 8 horas.

Nivel 0: Corresponde al valor intermedio de las variables experimentales, estableciendo una temperatura de 120 °C y un tiempo de reacción de 16 horas.

Nivel 1: Define las condiciones máximas evaluadas en el estudio, con una temperatura de 160 °C y un tiempo de reacción de 24 horas.

Nivel	Temperatura (°C)	Tiempo (horas)
-1	80	8
0	120	16
1	160	24

Tabla 3-1 Cuadro resumen parámetros experimentales [Autoría propia]

A partir de esta codificación, el programa Statistica Academic genera un total de nueve experimentos distintos (representados en la Tabla 3-1), diseñados con el objetivo de explorar la variabilidad de los factores seleccionados y su efecto en la formación y estabilidad de la hidrotalcita. Este diseño experimental sigue un enfoque sistemático que permite evaluar la influencia individual de cada variable, así como la posible existencia de efectos sinérgicos o interacciones entre ellas. Cabe destacar que los 9 experimentos indicados fueron llevados a cabo por duplicado.

Standard Run	3**(2-0) full factorial design, 1 block , 9 runs (Spreadsheet1)					
	T (°C)	t (h)	Dye1	Dye2	Rango T	Rango time
6	0,00000	1,00000			120	24
8	1,00000	0,00000			160	16
9	1,00000	1,00000			160	24
1	-1,00000	-1,00000			80	8
2	-1,00000	0,00000			80	16
7	1,00000	-1,00000			160	8
4	0,00000	-1,00000			120	8
5	0,00000	0,00000			120	16
3	-1,00000	1,00000			80	24

Figura 3-6 Cuadro resumen experimentos síntesis hidrotermal [Autoría propia]

El desarrollo de estos experimentos permitirá establecer tendencias en la evolución estructural y morfológica del material sintetizado, así como determinar la combinación óptima de temperatura y tiempo de reacción para maximizar la eficiencia del proceso. Además, los datos obtenidos en esta fase experimental servirán como base para futuras optimizaciones y modelado predictivo de la síntesis hidrotermal de la hidrotalcita en función de sus aplicaciones específicas en remediación ambiental y adsorción de contaminantes.

3.2.2 Preparación de disoluciones para la síntesis hidrotermal

Para la síntesis hidrotermal de la hidrotalcita, se prepararon disoluciones de nitrato de magnesio ($Mg(NO_3)_2$), nitrato de aluminio ($Al(NO_3)_3$) y carbonato de sodio (Na_2CO_3) en volumen proporcional al utilizado para el método tradicional de co-precipitación (Figura 3-7). Esta vez se ha introducido un valor aproximado de 20 mL de cada uno, asegurando la correcta homogenización antes de la reacción.

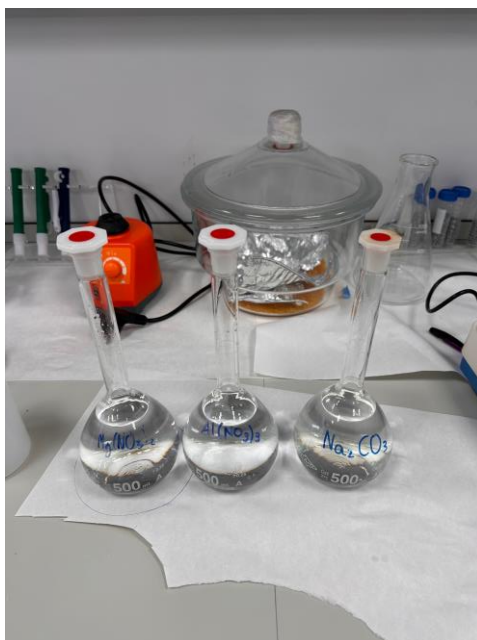


Figura 3-7 Reactivos usados para la síntesis hidrotermal [Autoría propia]

Una vez preparadas, las disoluciones se introdujeron en un reactor hidrotermal (Figura 3-8) y se sometieron a diferentes condiciones de temperatura y tiempo, establecidas según el diseño experimental mostrado en la Figura 3-6.



Figura 3-8 Reactores utilizados para la síntesis hidrotermal

Las muestras se introdujeron en una estufa marca INDELAB modelo FI.80 (Figura 3-9), manteniendo las condiciones definidas en la tabla. Finalizado el tiempo de reacción, los reactores se retiraron y se dejó reposar la disolución obtenida durante 24 horas. Este período permitió el ordenamiento estructural de las capas laminares, favoreciendo la formación de la fase cristalina de la hidrotalcita. Durante este tiempo, la disolución se mantuvo cubierta para prevenir cualquier posible contaminación y evitar la evaporación de los disolventes.



Figura 3-9 Reactores introducidos en la estufa

Posteriormente, se llevó a cabo la regulación del pH, ajustándolo a un valor de 8,5 mediante la adición controlada de una solución alcalina (NaOH). Una vez estabilizado el pH, el material se sometió a un proceso de filtración, separando la fase sólida de la fase líquida.

Finalmente, el sólido obtenido se secó en una estufa a 100 °C durante 24 horas, asegurando la completa eliminación del contenido de agua remanente y promoviendo la estabilización estructural del material sintetizado.

3.3 Selección de contaminantes

En el laboratorio se han seleccionado diferentes contaminantes como posibles candidatos para los experimentos, con el objetivo de evaluar la eficacia de los hidróxidos dobles laminares (HDL)

sintetizados en la adsorción y eliminación de contaminantes. Para su elección, se han considerado una serie de propiedades fisicoquímicas, comparando su comportamiento en disolución y su interacción con los materiales sintetizados.

Uno de los parámetros clave en la selección de los colorantes ha sido la longitud de onda de absorción, ya que permite detectar de forma visual la presencia del colorante en el agua y realizar un seguimiento de su eliminación a lo largo del proceso. Además, se ha tenido en cuenta su estructura química, carga molecular y solubilidad, factores determinantes en la capacidad de adsorción por parte de los HDL sintetizados mediante síntesis hidrotermal.

Los diferentes colorantes evaluados en este estudio incluyen:

- Azul de metileno (Figura 3-10). Sus características principales son [43]:
 - Usos: colorante en microbiología y biología y en estudios de adsorción de contaminantes en el tratamiento de aguas.
 - pH: 3-4,5
 - Longitud de onda: 664 nm.
 - Estructura: $C_{16}H_{18}N_3S$
 - Toxicidad: efectos irritantes en la piel y mucosas humanas.



Figura 3-10 Azul de metileno [Autoría propia]

- Rojo de metilo (Figura 3-11). Sus características son [44]:
 - Usos: se utiliza en microbiología en la prueba Voges-Proskauer para identificar bacterias que producen ácidos estables a través de la fermentación de ácidos mixtos de glucosa [45].
 - pH: 4,2-6,3
 - Longitud de onda: 540 nm.
 - Estructura: $C_{15}H_{15}N_3O_2$
 - Toxicidad: según 1272/2008/CE: No se clasificará como peligroso para el medio ambiente acuático [44].

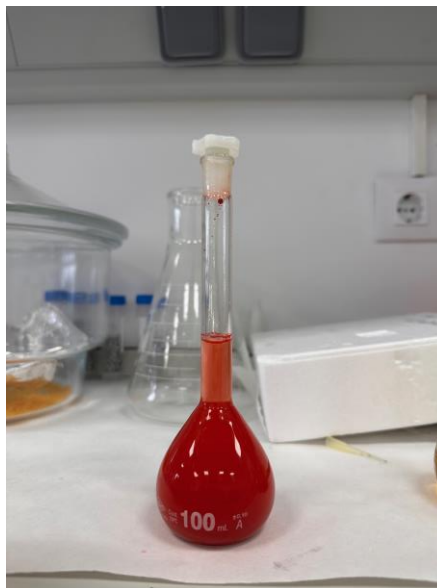


Figura 3-11 Rojo de metilo en el laboratorio [Autoría propia]

- Titán amarillo (Figura 3-12). Sus características más destacables son las siguientes [46]:
 - Usos: tinte concentrado universal para teñir pinturas y barnices sintéticos.
 - pH: 2,9-4,0
 - Longitud de onda: 590 nm.
 - Estructura: $C_{28}H_{19}N_5Na_2O_6S_4$
 - Toxicidad: no se clasificará como peligroso para el medio ambiente acuático [46].



Figura 3-12 Titán amarillo en el laboratorio [Autoría propia]

Estos colorantes han sido sometidos a ensayos de adsorción, comparando la eficiencia de eliminación en función de las condiciones de síntesis de los HDL y analizando la capacidad del material para reducir la concentración de los contaminantes en agua.

Para determinar la eficacia de la hidrotalcita sintetizada mediante el método tradicional (co-precipitación) en la eliminación de contaminantes inorgánicos en agua, se llevaron a cabo una serie de experimentos con diferentes colorantes modelo, con el objetivo de seleccionar aquel que presentara la mayor capacidad de adsorción y, por tanto, pudiera ser utilizado en estudios posteriores.

Por otro lado, con el objetivo de ampliar el estudio, se han escogido otros dos contaminantes que a menudo están presentes en aguas residuales, estos son:

- Nitrato (NO_3^-) (Figura 3-13). Sus características vienen reflejadas en [47] y son:
 - Usos: comúnmente se utilizan como fertilizantes agrícolas y en la industria alimentaria como conservantes. También pueden aparecer en aguas debido al arrastre de residuos agrícolas o por filtración de aguas residuales mal tratadas.
 - pH: 3-10
 - Longitud de onda: 220 nm.
 - Estructura: NO_3^-
 - Toxicidad: aunque no es tóxico directamente, a concentraciones elevadas puede transformarse en nitritos (NO_2^-) en el organismo, afectando al transporte de oxígeno en la sangre.



Figura 3-13 Sobre de nitrato HANNA Instruments [Autoría propia]

- Cobre (Cu^{2+}) (Figura 3-14). Sus características vienen reflejadas en [48] y son:
 - Usos: procesos industriales como la metalurgia, la fabricación de circuitos electrónicos, en tuberías y conducciones, y como biocida en productos agrícolas y pinturas marinas.
 - pH: 6-7
 - Longitud de onda: 560-600 nm.
 - Estructura: Cu^{2+} (ión metálico)
 - Toxicidad: muy tóxico para organismos acuáticos, con efectos duraderos, y debe ser considerado contaminante prioritario en aguas superficiales.



Figura 3-14 Sobre de cobre HANNA Instruments [Autoría propia]

3.3.1 Preparación de disoluciones de colorantes

Tal y como se mencionó anteriormente, se seleccionaron tres colorantes de distinta naturaleza química y espectral como contaminantes modelo:

- Azul de metileno.

- Rojo de metilo.
- Amarillo titán.

Las soluciones de trabajo se prepararon con una concentración homogénea, utilizando 100 μL de azul de metileno y 0,1 g de los otros colorantes en 100 mL de agua destilada, asegurando así una base experimental estandarizada para la evaluación de la adsorción.

3.3.2 Determinación de la longitud de onda de absorción

Para el azul de metileno, la longitud de onda de absorción máxima es conocida (664 nm), lo que permitía su análisis directo en el espectrofotómetro (modelo UV/VIS Spectrometer Lambda XLS, de la empresa PerkinElmer que se puede observar en la INSERTAR FIGURA. Sin embargo, en el caso del rojo de metilo y el amarillo titán, únicamente se disponía de una estimación, por lo que fue necesario determinarlo experimentalmente.

Para ello, se prepararon soluciones individuales de cada colorante y se analizaron en un espectrofotómetro, utilizando una cubeta de cuarzo para evitar interferencias ópticas. Se realizó un barrido de longitudes de onda en el rango del ultravioleta-visible (200-800 nm), identificando los valores máximos de absorbancia para cada colorante.



Figura 3-15 Medición realizada en el espectrofotómetro [Autoría propia]

Los valores obtenidos fueron los siguientes (mencionados previamente en 3.3):
 Rojo de metilo: absorción máxima a 540 nm (Figura 3-16).

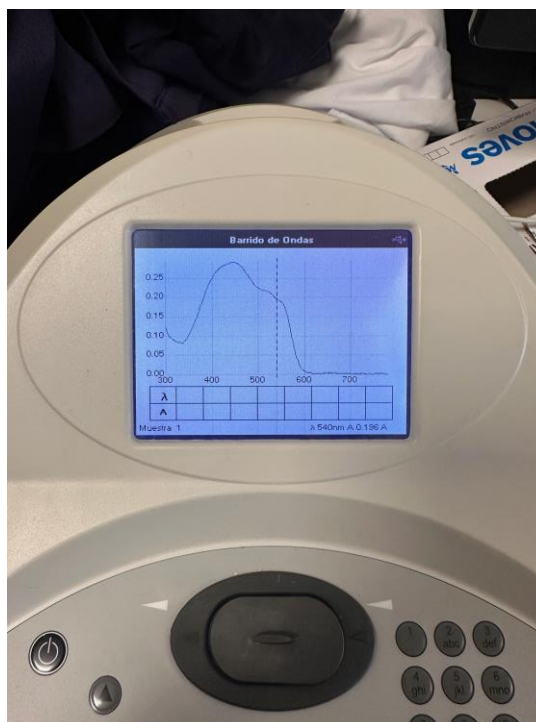


Figura 3-16 Longitud de onda de Rojo de metilo [Autoría propia]

Amarillo titán: absorción máxima a 590 nm (Figura 3-17).

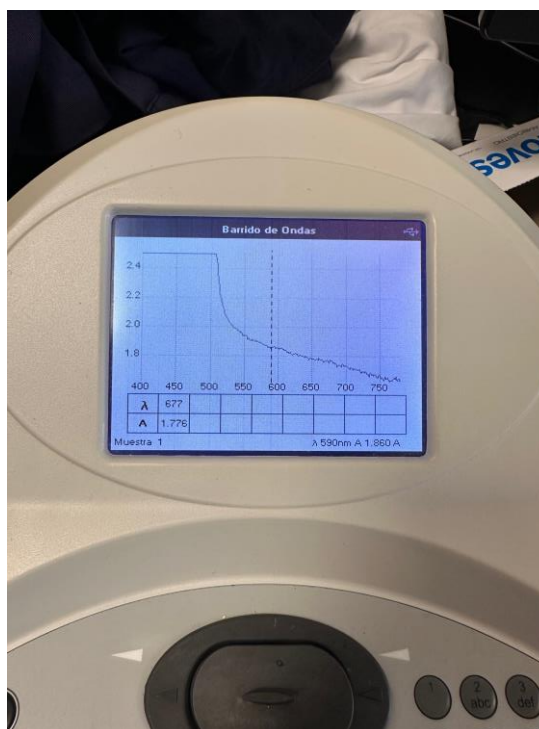


Figura 3-17 Longitud de onda de Amarillo Titán [Autoría propia]

Estos datos permitieron definir las longitudes de onda de referencia para cada colorante, optimizando así los análisis espectrofotométricos en los ensayos de adsorción.

3.3.3 Determinación tiempo óptimo de eliminación de adsorción

Tras la identificación de las longitudes de onda características de absorción de cada uno de los colorantes seleccionados, se procedió a la evaluación del tiempo óptimo de eliminación de estos colorantes mediante ensayos de adsorción utilizando hidrotalcita sintetizada por el método tradicional.

Para ello, se prepararon diferentes disoluciones compuestas por 25 mL de colorante y tres cantidades distintas de adsorbente: 0,125 g, 0,250 g y 0,500 g de hidrotalcita. Cada mezcla fue introducida en un vaso de precipitados y sometida a agitación constante a 100 rpm en agitador orbital (Figura 3-18), con el objetivo de favorecer el contacto entre el material y la disolución contaminada.



Figura 3-18 Agitador orbital del laboratorio [Autoría propia]

A lo largo del proceso, se tomaron muestras a intervalos de tiempo de 5 minutos, extrayendo alícuotas de la disolución mediante el uso de una jeringuilla estéril (Figura 3-19). Posteriormente, cada muestra fue filtrada mediante un filtro de 0,45 μm (Figura 3-20) para eliminar cualquier resto sólido de hidrotalcita, garantizando así la transparencia de la solución para su posterior análisis.



Figura 3-19 Jeringuilla y filtro utilizado [Autoría propia]



Figura 3-20 Filtro 0,45 µm [Autoría propia]

Las muestras filtradas (Figura 3-21) fueron analizadas en un espectrofotómetro (modelo UV/VIS Spectrometer Lambda XLS, de la empresa PerkinElmer), utilizando una cubeta, y midiendo la absorbancia a la longitud de onda máxima previamente determinada para cada colorante. Este procedimiento permitió evaluar la cinética de adsorción en función del tiempo, así como el efecto de la masa del adsorbente sobre la eficiencia del proceso.



Figura 3-21 Procedimiento de filtrado de la disolución [Autoría propia]

Gracias a este análisis sistemático, fue posible establecer el tiempo óptimo necesario para alcanzar la máxima reducción de absorbancia, identificando así las condiciones más favorables para la eliminación efectiva de cada colorante con hidrotalcita convencional.

3.4 Evaluación de la adsorción de contaminantes

Una vez determinado el tiempo óptimo de adsorción en los ensayos previos con colorantes, se procedió a evaluar la eficacia del material adsorbente frente a otros contaminantes inorgánicos, específicamente iones cobre (Cu^{2+}) y nitrato (NO_3^-).

Para ello, se prepararon disoluciones individuales de cada contaminante, a las que se añadió 0,0125 g de hidrotalcita previamente sintetizada por el método tradicional. A continuación, se incorporaron 10 mL del contaminante correspondiente y la mezcla fue sometida a agitación constante durante 25 minutos, tiempo que se consideró óptimo en base a los resultados obtenidos con el rojo de metilo.

Transcurrido el tiempo de contacto, las muestras fueron analizadas mediante un espectrofotómetro multiparámetro con COD de la marca HANNA (ver Figura 3-22), con el fin de cuantificar la disminución de absorbancia a la longitud de onda característica de cada contaminante. A partir de los datos obtenidos, se determinó la eficiencia de eliminación de los iones presentes en disolución, permitiendo comparar la capacidad de adsorción del material en función del tipo de contaminante (Figura 3-23).



Figura 3-22 Espectrofotómetro multiparámetro con COD de la marca HANNA [Autoría propia]



Figura 3-23 Recipiente utilizado para la adsorción de contaminantes [Autoría propia]

4 RESULTADOS

En este apartado se analizan en detalle los resultados obtenidos a lo largo de las distintas fases del estudio, no solo con el objetivo de justificarlos y validarlos, sino también de destacar aquellos hallazgos relevantes que aportan un valor significativo en el contexto de esta investigación.

4.1 Resultados experimentales

En este apartado se presentan los resultados obtenidos en la síntesis hidrotermal de hidrotalcitas para los nueve experimentos realizados (Peso 1 (g) indicado en la Tabla 4-1) y sus duplicados (Peso 2 (g) de la Tabla 4-1). Así, la tabla recoge las diferentes condiciones de temperatura y tiempo aplicadas en los 9 experimentos, así como los pesos de hidrotalcita obtenidos en cada uno de los ensayos.

Experimento	Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Peso 1 (g)	Peso 2 (g)	Rendimiento (1)	Rendimiento (2)
E6	120	24	0,4424	0,3686	41,85	34,87
E8	160	16	0,6704	0,6739	63,42	63,76
E9	160	24	0,7348	0,5722	69,52	54,13
E1	80	8	0,7496	0,6968	70,92	65,92
E2	80	16	0,997	0,8074	94,32	76,39
E7	160	8	0,8298	0,8176	78,51	77,35
E4	120	8	0,6899	0,9134	65,27	86,41
E5	120	16	0,6722	0,8189	63,60	77,47
E3	80	24	0,7131	0,7267	67,46	68,75

Tabla 4-1 Resultados hidrotalcita por síntesis hidrotermal

Como se puede observar, el peso final de la muestra varía según las condiciones de temperatura y tiempo. En general, las muestras tratadas a temperaturas más altas (≥ 120 °C) presentan una ligera reducción en el peso final en comparación con su peso inicial, lo que podría atribuirse a una mayor eliminación de agua adsorbida o a la transformación de fases menos estables.

Se observa que los rendimientos valores más altos en las muestras sintetizadas a temperaturas más bajas (80 °C). Esto sugiere que temperaturas moderadas favorecen la formación y estabilidad de las hidrotalcitas.

4.2 Eliminación de colorantes

4.2.1 Azul de metileno

4.2.1.1 Recta de calibrado

Para determinar la concentración de azul de metileno en los experimentos se prepararon disoluciones de azul de metileno de diferente concentración y se midió su absorbancia a una longitud de onda de 664 nm, pudiendo obtener así su recta de calibrado. La ecuación de ajuste resultante fue $y = -0,3961x + 1,539$, como se puede ver en la Figura 4-1. Respecto al parámetro estadístico R^2 , el valor obtenido es de 0,9327, siendo cercano al 1, lo que indica que los valores de la recta presentan una buena correlación entre la concentración y la absorbancia. La ecuación obtenida se empleará para obtener las concentraciones de las disoluciones a partir del valor de absorbancia medido en el espectrofotómetro.

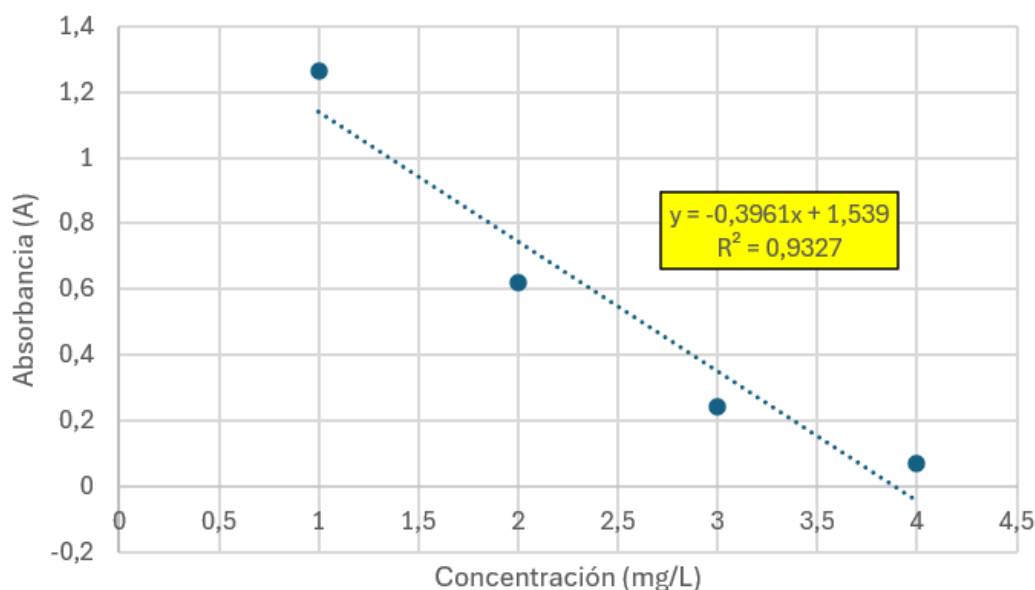


Figura 4-1 Recta de calibrado de Azul de Metileno [Autoría propia]

4.2.1.2 Procedimiento experimental

El estudio de la capacidad de adsorción de la hidrotalcita se llevó a cabo variando la masa del adsorbente, empleando dos cantidades distintas: 0,250 g y 0,500 g de hidrotalcita.

Para establecer las condiciones óptimas de eliminación de los contaminantes, se comenzó con un análisis de la cantidad de adsorbente y tiempo de eliminación. En estos ensayos preliminares se realizaron los ensayos con 0,250 g y 0,500 g de hidrotalcita y se tomaron muestras a intervalos de 5 minutos hasta que se observó una eliminación significativa del contaminante, que se fijó a los 30 minutos. Cada ensayo se realizó por duplicado y las muestras fueron sometidas a agitación constante a 100 rpm en un agitador orbital, permitiendo la interacción entre el adsorbente y el colorante en solución.

Para evaluar la cinética de adsorción, las disoluciones se filtraron y analizaron mediante el uso de un espectrofotómetro UV-Vis a las longitudes de onda previamente determinadas cada 5 minutos de agitación. Los resultados obtenidos fueron los siguientes (Tabla 4-2):

Disolución con 0,250 g HDL			
Tiempo de exposición (min)	Valor absorbancia	Eliminación (%)	Concentración final (mg/L)
0	1,265	0,00	25
5	0,928	73,36	21,54
10	0,915	72,33	18,93
15	0,908	71,78	15,23
20	0,919	72,65	12,34
25	0,87	68,77	9,19
30	0,831	65,69	6,03

Tabla 4-2 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,250 g HDL con azul de metileno

En esta tabla se observa cómo varía la eliminación del azul de metileno con 0,250 g de hidrotalcita a lo largo del tiempo. El mayor porcentaje de eliminación se alcanza a los 5 minutos, con un 73,36 %. A partir de ahí, la eliminación desciende ligeramente, llegando al 65,69 % tras 30 minutos.

Si comparamos con la muestra de 0,500 g (véase Tabla 4-3), se ve que el rendimiento es similar o incluso algo menor. Por tanto, no se obtiene una mejora significativa al añadir más cantidad de hidrotalcita. Por ello, se considera que 0,250 g es la cantidad óptima de adsorbente para este tipo de ensayo.

Disolución con 0,500 g HDL			
Tiempo de exposición (min)	Valor absorbancia	Eliminación (%)	Concentración final (mg/L)
0	1,265	0,00	25
5	0,811	64,11	21,68
10	0,741	58,58	17,22
15	0,744	58,81	14,34
20	0,72	56,92	11,42
25	0,783	61,90	8,09
30	0,748	59,13	4,33

Tabla 4-3 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,500 g HDL con azul de metileno

Una comparación más visual de estos datos se presenta en la Figura 4-2:

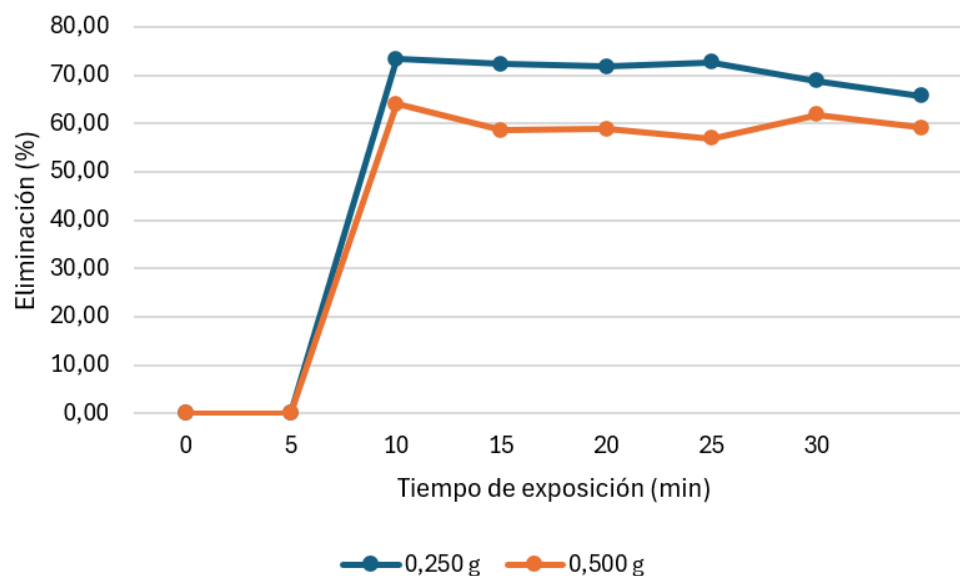


Figura 4-2 Comparación eliminación azul de metileno con distintas concentraciones de HDL

En la disolución con 0,250 g de HDL, se observa una rápida adsorción en los primeros 5 minutos, alcanzando una eficiencia del 73,36 %, lo que supone una reducción de la concentración inicial (25 mg/L) hasta aproximadamente 21,54 mg/L. A partir de ese punto, la eficiencia se mantiene relativamente estable, con ligeras oscilaciones, hasta alcanzar un valor final del 65,69 % a los 30 minutos, correspondiente a una concentración residual de 6,03 mg/L. Esta tendencia sugiere una saturación progresiva de los sitios activos de la hidrotalcita.

En contraste, la disolución con 0,500 g de HDL muestra una eficiencia inicial ligeramente inferior (64,11 % a los 5 minutos) y mantiene valores constantes en torno al 58-64 % durante todo el ensayo. El valor final de eliminación a los 30 minutos es del 59,13 %, lo cual, aunque sigue representando una reducción significativa de la concentración del colorante, resulta inferior a la alcanzada con la mitad de masa de adsorbente [49].

Este comportamiento, que podría parecer contradictorio, sugiere que una mayor cantidad de hidrotalcita no se traduce necesariamente en una mayor eficiencia de eliminación. Posibles explicaciones incluyen la aglomeración de partículas a mayor concentración, lo que limita el acceso efectivo de las moléculas del colorante a los sitios activos de adsorción, así como fenómenos de autoapantallamiento o disminución del área superficial efectiva disponible en suspensión.

En la gráfica se aprecia con claridad que la curva correspondiente a 0,250 g muestra una eliminación más rápida y eficiente en todo el intervalo temporal, mientras que la de 0,500 g permanece por debajo en todo momento. Esta observación es clave para optimizar el proceso, ya que demuestra que un menor consumo de material puede ofrecer un mejor rendimiento, favoreciendo la sostenibilidad económica y operativa del tratamiento.

4.2.1.3 Comparación con hidrotalcita obtenida por síntesis hidrotermal

Se realizó un experimento para comprobar cómo actúa la hidrotalcita obtenida por síntesis hidrotermal frente al azul de metileno, un colorante que ya se había utilizado en ensayos anteriores. Para poder comparar los resultados, se usaron 0,0125 g de hidrotalcita HTC y 10 mL de disolución de colorante. Además, se aplicó el mismo sistema de agitación y análisis. En este caso, el tiempo de contacto se estableció en 25 minutos, ya que en pruebas anteriores se observó que este colorante necesita más tiempo para ser eliminado de forma efectiva.

Experimento	Eliminación (1)	Eliminación (2)	% Eliminación (1)	% Eliminación (2)
E6	0,119	0,224	83,13	68,24
E8	0,077	0,111	89,05	84,21
E9	0,124	0,166	82,42	76,49
E1	0,144	0,158	79,54	77,57
E2	0,164	0,214	76,67	69,68
E7	0,398	0,410	43,48	41,86
E4	0,152	0,579	78,44	17,82
E5	0,104	0,070	85,29	90,13
E3	0,145	0,172	79,37	75,60

Tabla 4-4 Datos de eliminación del azul de metileno

En este caso (Tabla 4-4), los porcentajes de eliminación superaron en un caso el 90%, y los tiempos requeridos para alcanzar esos valores fueron superiores a 30 minutos. Esta eficiencia es similar a la observada en estudios como el de Hidalgo Serrano [29], donde técnicas como la luz UV o el H_2O_2 no alcanzaban eliminaciones óptimas sin largos tiempos de exposición. En comparación con el trabajo de Encinar Montero [31], que utilizaba fotocátalisis, nuestros resultados muestran que, si bien la hidrotalcita puede adsorber parcialmente el azul de metileno, este colorante presenta mayor resistencia al tratamiento, confirmando así su menor afinidad frente al material.

4.2.2 Eliminación de Rojo de Metilo

4.2.2.1 Recta de calibrado

Para determinar la concentración de colorante en las diferentes muestras experimentales, se prepararon disoluciones patrón de concentraciones conocidas y se midió su absorbancia a una longitud de onda determinada mediante espectrofotometría. A partir de estos datos, se obtuvo la recta de calibrado correspondiente (Figura 4-3), cuya ecuación de ajuste es: $y = 0,0189x + 0,0031$, siendo y la absorbancia y x la concentración del colorante en mg/L. El coeficiente de determinación $R^2 = 0,9962$, muy cercano a la unidad, indicando una excelente correlación lineal entre ambas variables, validando así la fiabilidad de esta ecuación para su uso en cálculos posteriores.

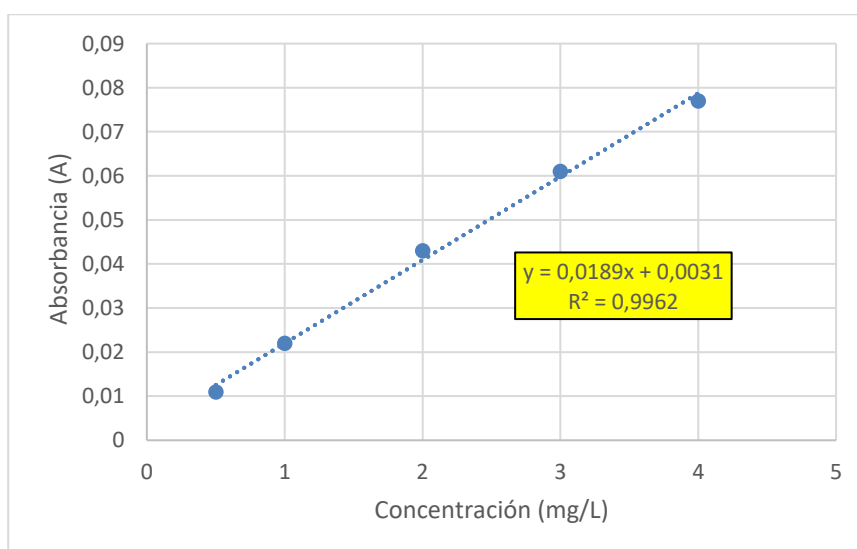


Figura 4-3 Recta de calibrado del Rojo de Metilo

4.2.2.2 Procedimiento experimental

En las siguientes tablas se recogen los resultados obtenidos para la eliminación del colorante rojo de metilo utilizando diferentes cantidades de hidrotalcita (0,125 g, 0,250 g y 0,500 g). Se observa cómo

varían la absorbancia, el porcentaje de eliminación y la concentración final del contaminante a lo largo del tiempo de exposición. Estos datos han permitido determinar cuál es la más adecuada para maximizar la eliminación del colorante bajo las condiciones experimentales aplicadas.

Disolución con 0,125 g HDL			
Tiempo de exposición (min)	Valor absorbancia	Eliminación (%)	Concentración final (mg/L)
0	0,735	0,00	25
5	0,663	90,20	21,54
10	0,605	82,31	18,65
15	0,686	93,33	15,33
20	0,668	90,88	12,46
25	0,696	94,69	9,04

Tabla 4-5 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,125 g HDL con rojo de metilo

Disolución con 0,250 g HDL			
Tiempo de exposición (min)	Valor absorbancia	Eliminación (%)	Concentración final (mg/L)
0	0,735	0,00	25
5	0,265	36,05	21,45
10	0,174	23,67	18,32
15	0,167	22,72	15,43
20	0,253	34,42	12,29
25	0,166	22,59	9,05
30	0,319	43,40	6,46

Tabla 4-6 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,250 g HDL con rojo de metilo

Disolución con 0,500 g HDL			
Tiempo de exposición (min)	Valor absorbancia	Eliminación (%)	Concentración final (mg/L)
0	0,735	0,00	25
5	0,257	34,97	21,47
10	0,194	26,39	18,39
15	0,226	30,75	15,48
20	0,242	32,93	12,23
25	0,26	35,37	9,03

Tabla 4-7 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,500 g HDL con rojo de metilo

En estas tablas se analiza la eliminación del colorante rojo de metilo utilizando distintas cantidades de hidrotalcita a lo largo del tiempo. En el caso de la Tabla 4-5 se observa un rendimiento notablemente alto, con un valor de eliminación superior al 90 % desde los primeros 5 minutos y alcanzando un máximo del 94,69 % a los 25 minutos.

Por el contrario, al aumentar la cantidad de hidrotalcita a 0,250 g (Tabla 4-6) o 0,500 g (Tabla 4-7), el porcentaje de eliminación es considerablemente más bajo en todos los tiempos evaluados, con valores que rondan el 35-40 % como máximo.

Dicho esto, se concluye que 0,125 g de hidrotalcita es la cantidad óptima para la eliminación del rojo de metilo, ya que no solo se alcanza un mayor porcentaje de eliminación, sino que además se logra en menos tiempo y con menor cantidad de adsorbente, lo que la convierte en una opción más eficiente y económica para este proceso

4.2.2.3 Comparación con hidrotalcita obtenida por síntesis hidrotermal

Se evaluó la capacidad de eliminación del colorante rojo de metilo utilizando hidrotalcita sintetizada por el método hidrotermal. Para ello, se mantuvieron las mismas condiciones de trabajo que en experimentos anteriores. El tiempo de contacto se fijó en 25 minutos, ya que se observó que este compuesto requería un poco más de tiempo para mostrar resultados de eliminación apreciables. La Tabla 4-8 recoge los porcentajes de eliminación obtenidos en las nueve formulaciones ensayadas por duplicado, permitiendo analizar el rendimiento del material frente a este contaminante.

Experimento	Eliminación (1)	Eliminación (2)	% Eliminación (1)	% Eliminación (2)
E6	0,094	0,177	86,67	74,89
E8	0,061	0,088	91,35	87,52
E9	0,098	0,131	86,10	81,42
E1	0,114	0,125	83,83	82,27
E2	0,13	0,169	81,56	76,03
E7	0,315	0,324	55,32	54,04
E4	0,152	0,458	78,44	35,04
E5	0,082	0,055	88,37	92,20
E3	0,115	0,136	83,69	80,71

Tabla 4-8 Tabla de eliminación del rojo de metilo

Los valores reflejan que la hidrotalcita obtenida por HTC logra una buena eliminación del rojo de metilo, con porcentajes superiores al 80 % en la mayoría de los experimentos. Destacan E8 y E5, con valores por encima del 90 %. Aunque hay excepciones como E7, con rendimientos más bajos, en general el material muestra una alta eficacia frente a este contaminante.

4.2.3 Eliminación de Amarillo Titán

4.2.3.1 Recta de calibrado

Con el fin de determinar la concentración del colorante amarillo titán en los distintos ensayos, se prepararon disoluciones con concentraciones conocidas y se midió su absorbancia utilizando un espectrofotómetro. A partir de estos datos se construyó la recta de calibrado, representada en la Figura 4-4. La ecuación obtenida es $y = 0,0189x + 0,0031$, con un repetido coeficiente de determinación $R^2 = 0,9962$, lo cual indica una excelente correlación entre la concentración y la absorbancia.

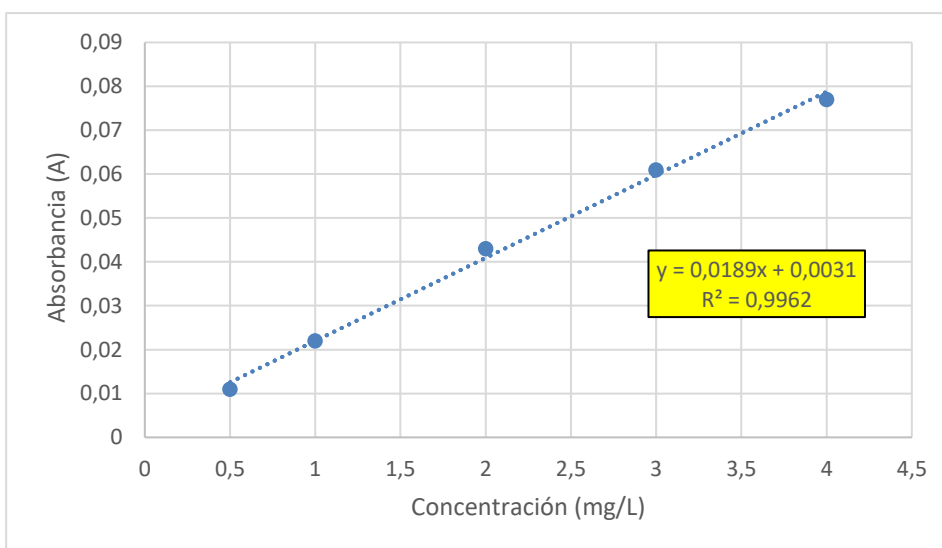


Figura 4-4 Recta de calibrado del Amarillo Titán [Autoría propia]

4.2.3.2 Procedimiento experimental

A continuación, se presentan los resultados experimentales obtenidos para evaluar la eficacia de la hidrotalcita en la eliminación del colorante amarillo titán. En las tablas se recoge el porcentaje de eliminación para cada uno de los experimentos realizados, lo que permite comparar el comportamiento del material frente a distintos compuestos.

Disolución con 0,125 g HDL			
Tiempo de exposición (min)	Valor absorbancia	Eliminación (%)	Concentración final (mg/L)
0	0,082	0,00	25
5	0	100,00	21,87
10	0	100,00	18,34

Tabla 4-9 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,125 g HDL con amarillo titán

Disolución con 0,250 g HDL			
Tiempo de exposición (min)	Valor absorbancia	Eliminación (%)	Concentración final (mg/L)
0	0,082	0,00	25
5	0,045	54,88	22,02
10	0	100,00	19,34

Tabla 4-10 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,250 g HDL con amarillo titán

Disolución con 0,500 g HDL			
Tiempo de exposición (min)	Valor absorbancia	Eliminación (%)	Concentración final (mg/L)
0	0,082	0,00	25
5	0	100,00	21,77
10	0	100,00	18,32

Tabla 4-11 Datos obtenidos en el espectrofotómetro para 0,500 g HDL con amarillo titán

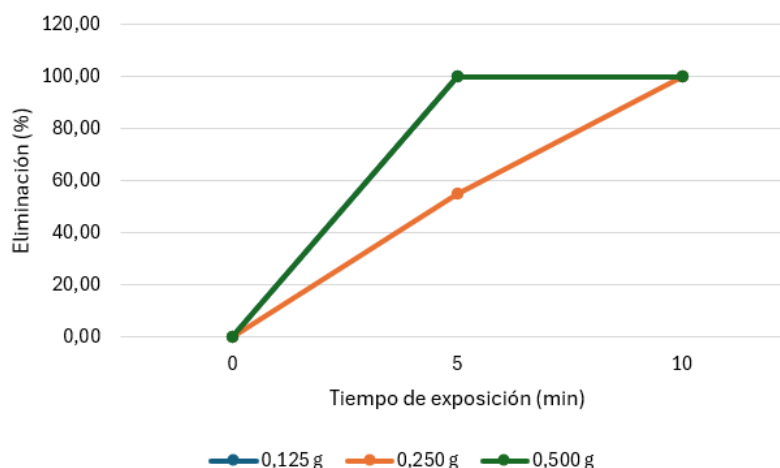


Figura 4-5 Comparación eliminación amarillo titán con distintas concentraciones de HDL

La gráfica y las tablas presentadas recogen los resultados de la adsorción del colorante amarillo titán utilizando diferentes cantidades de hidrotalcita convencional: 0,125 g (Tabla 4-9), 0,250 g (Tabla 4-10) y 0,500 g (), a tiempos de exposición de 5 y 10 minutos. Los valores fueron obtenidos mediante espectrofotometría UV-Vis a partir de la disminución de absorbancia en solución.

Cabe destacar que en la Figura 4-5 los datos correspondientes a una concentración de hidrotalcita de 0,125 g y 0,500 g se superponen casi en su totalidad. A la vista de estos datos, se puede observar que la eliminación del colorante se produce de forma extremadamente rápida, alcanzando un 100 % de eliminación antes de los 10 minutos en todas las muestras. De hecho, tanto para 0,125 g como para 0,500

g de hidrotalcita, la eliminación total se produce ya a los 5 minutos, lo que indica una cinética de adsorción muy eficiente y prácticamente instantánea en comparación con otros colorantes ensayados.

Este comportamiento convierte al amarillo titán en el colorante ideal, ya que es el que requiere menor tiempo de contacto para ser completamente eliminado, lo cual implica un proceso más eficaz y con menor demanda energética.

En cuanto al análisis comparativo entre las masas de adsorbente, se observa que la curva correspondiente a 0,500 g se superpone casi por completo a la de 0,125 g, lo que indica que aumentar la cantidad de hidrotalcita no mejora significativamente la eficiencia en este caso concreto. Esto sugiere que, para concentraciones de contaminante como la utilizada, la dosis mínima de 0,125 g ya resulta suficiente para alcanzar la máxima capacidad de adsorción.

Estos resultados no sólo reflejan la alta afinidad entre el amarillo titán y la hidrotalcita, sino que además demuestran que es posible obtener rendimientos óptimos con una baja cantidad de material, lo que representa una ventaja desde el punto de vista económico y de sostenibilidad del proceso.

4.2.3.3 Comparación con hidrotalcita obtenida por síntesis hidrotermal

Se procedió a evaluar su capacidad de adsorción frente al colorante amarillo titán de la hidrotalcita obtenida mediante síntesis hidrotermal, seleccionado previamente como contaminante modelo por su alta afinidad y rápida eliminación.

Para mantener la coherencia experimental y comparativa, se respetó la concentración utilizada en los ensayos anteriores en los que se empleó hidrotalcita sintetizada por co-precipitación. Se prepararon 0,0125 g de hidrotalcita HTC y 10 mL de disolución de colorante, empleando el mismo procedimiento de agitación y análisis. El tiempo de contacto fue fijado en 1 minuto, ya que los resultados previos demostraron que dicho intervalo es suficiente para lograr la adsorción completa del amarillo titán.

El estudio se realizó sobre las nueve formulaciones distintas de hidrotalcita obtenidas según el diseño experimental Box-Behnken, las cuales fueron ensayadas por duplicado, resultando en un total de 18 muestras analizadas. Este enfoque permitió evaluar la reproducibilidad del proceso y el impacto de las condiciones de síntesis (tiempo, temperatura) sobre la eficacia del material en la eliminación del colorante.

El análisis espectrofotométrico posterior permitió determinar el porcentaje de eliminación en cada caso, con el objetivo de comparar el rendimiento entre las distintas variantes de hidrotalcita HTC y, eventualmente, identificar las condiciones óptimas de síntesis.

Experimento	Eliminación (1)	Eliminación (2)	Rendimiento (1)	Rendimiento (2)
E6	0,027	0,03	67,07	63,41
E8	0,05	0,044	39,02	46,34
E9	-0,019	0,015	123,17	81,71
E1	0,023	0,022	71,95	73,17
E2	0,031	0,017	62,20	79,27
E7	0,001	0,006	98,78	92,68
E4	0,026	0,02	68,29	75,61
E5	-0,011	0,02	113,41	75,61
E3	0,04	0,036	51,22	56,10

Tabla 4-12 Datos de eliminación del amarillo titán

La Tabla 4-12 muestra que el amarillo titán es el colorante que mejor se elimina con hidrotalcita. En casi todos los experimentos, los valores de eliminación son altos y los rendimientos superan incluso el 60 %, como se observa en el experimento E8. Esto indica que el tratamiento funciona muy bien con este

colorante, siendo el más fácil de eliminar entre todos los que se han probado, lo que lo convierte en el más adecuado para estudiar la eficacia del proceso.

En este caso, los resultados obtenidos han sido destacables, alcanzando eliminaciones del 100 % en menos de 5 minutos con tan solo 0,125 g de hidrotalcita sintetizada. Este comportamiento supera significativamente a otros estudios similares, como el estudio de Encinar Montero [31], donde la eliminación del Azul de Metileno mediante técnicas fotocatalíticas requería tiempos de exposición de hasta 30 minutos para lograr una eficiencia del 90 % aproximadamente. Del mismo modo, el trabajo de Hidalgo Serrano [29] reflejaba que con técnicas combinadas de HDL y luz UV los tiempos se alargaban considerablemente, alcanzando entre 1 y 2 horas para lograr eliminaciones totales de ciertos colorantes como el Naranja de Metilo. En comparación, el rendimiento del amarillo titán en este TFG no solo es más rápido, sino también más eficiente, lo que lo posiciona como el colorante ideal para este tipo de ensayos.

4.3 Eliminación del nitrato

4.3.1 Resultados obtenidos

A continuación, se presenta el análisis de los resultados obtenidos tras la evaluación de la capacidad de adsorción de la hidrotalcita frente al ion nitrato (NO_3^-). Este apartado permitirá valorar la eficacia del material en la eliminación de este contaminante inorgánico, tomando como referencia la variación de absorbancia registrada mediante espectrofotometría. A continuación, se muestran los valores obtenidos (Tabla 4-13), teniendo en cuenta que el valor de absorbancia inicial del nitrato era de 12,3:

Experimento	Eliminación (1)	Eliminación (2)	% Eliminación (1)	% Eliminación (2)
E6	5,1	4,8	58,54	60,98
E8	4,8	5,5	60,98	55,28
E9	5,8	2,3	52,85	81,30
E1	5,6	4,1	54,47	66,67
E2	0,7	1,7	94,31	86,18
E7	2,3	2,2	81,30	82,11
E4	2,1	2,3	82,93	81,30
E5	5,7	2,7	53,66	78,05
E3	2,3	2	81,30	83,74

Tabla 4-13 Datos de eliminación del nitrato

Cabe destacar que la hidrotalcita sintetizada por co-precipitación logró eliminar completamente el nitrato tras 25 minutos de contacto, alcanzando un 100 % de eliminación. Este comportamiento confirma su elevada eficacia como adsorbente para este tipo de contaminantes.

A continuación, se presenta el Diagrama de Pareto de efecto estandarizado (Figura 4-6), el cual permite identificar la significancia estadística de las variables independientes consideradas en el diseño experimental, en este caso la temperatura (T) y el tiempo (t), así como sus posibles interacciones. Este diagrama facilita la visualización de qué factores tienen un impacto relevante en la variable de respuesta (eficiencia de eliminación del colorante) y en qué medida lo hacen. Las barras que superan el umbral de significancia indican efectos estadísticamente significativos, lo que permite establecer criterios de optimización para futuras síntesis del material.

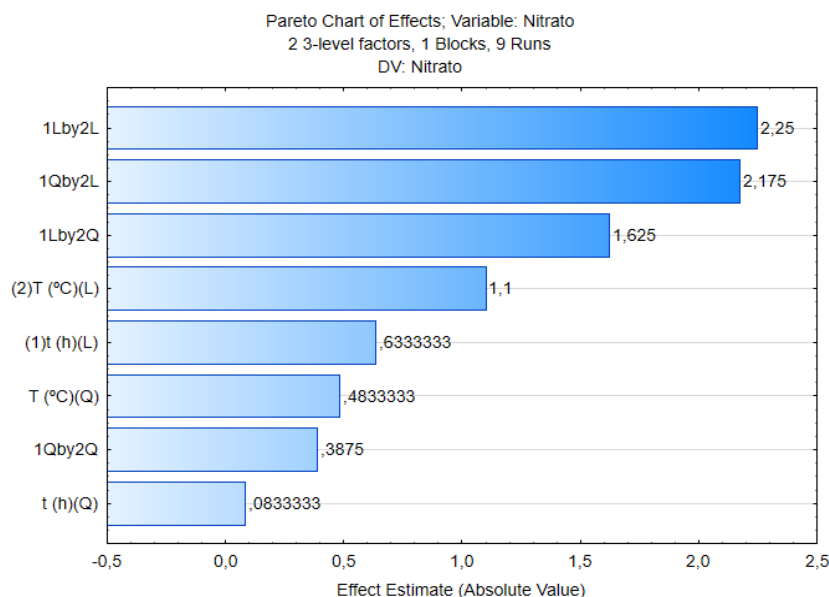


Figura 4-6 Diagrama de Pareto de efecto estandarizado

Los resultados indican que los efectos más relevantes sobre la eficiencia de eliminación del nitrato son las interacciones entre los factores, destacando principalmente:

La interacción 1Lby2L, con un efecto estandarizado absoluto de 2,25.

La interacción 1Qby2L, con un valor de 2,175.

La interacción 1Lby2Q, con un efecto de 1,625.

Estos valores, al situarse por encima del umbral de referencia marcado en el diagrama (habitualmente representando un nivel de significancia del 95 %), confirman que dichas combinaciones tienen una influencia significativa sobre la respuesta analizada.

En cambio, los efectos principales individuales de los factores temperatura (T) y tiempo (t) muestran una influencia baja. El efecto cuadrático de la temperatura presenta un valor de 1,1, mientras que el resto de los términos individuales o de menor orden, como T(L), t(L) y t(Q), se encuentran por debajo del umbral, lo que indica que no son estadísticamente significativos de forma aislada en este contexto.

Por otro lado, en cuanto a la superficie de respuesta obtenida y mostrada en la Figura 4-7, los valores de las variables codificadas temperatura (T) y tiempo (t) van desde -1 (mínimo valor real del parámetro: 80 °C u 8 h) hasta 1 (máximo valor real: 160 °C o 24 h). En cuanto a la variable de respuesta (concentración de nitrato), se deben considerar únicamente los valores comprendidos entre 0 y 25 mg/L. Los valores que superan este rango se consideran efectos del ajuste superficial del programa, y no tienen validez experimental.

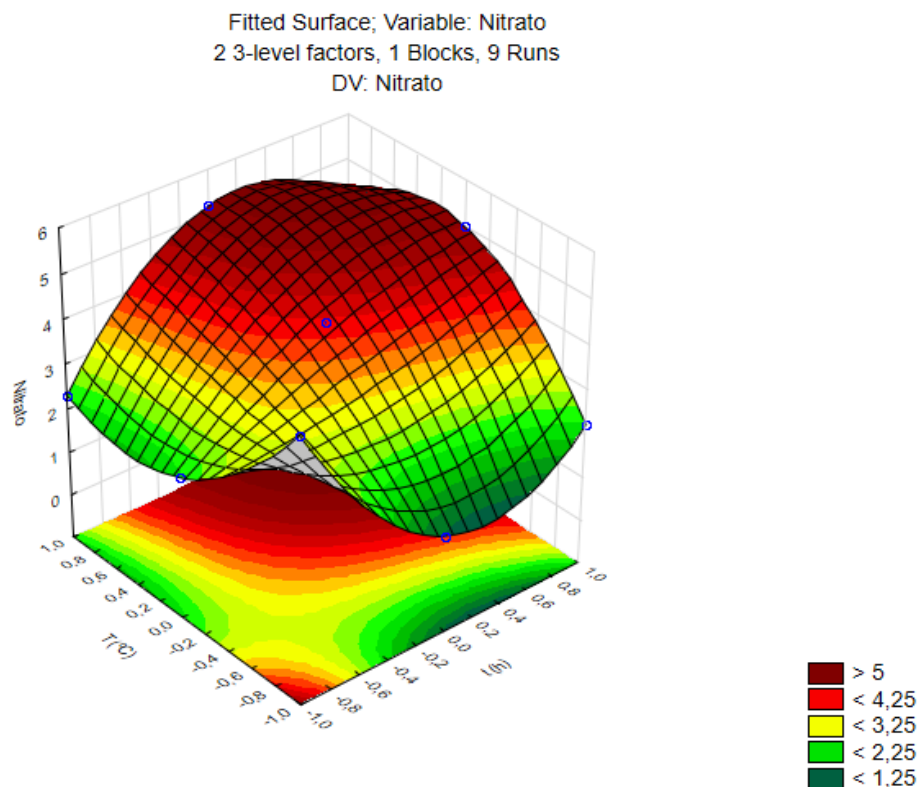


Figura 4-7 Superficie de contorno para la eliminación de nitrato

Como se puede observar, los valores más altos de concentración residual de nitrato (color rojo, >5 mg/L) se dan en la región central del gráfico, correspondiente a condiciones intermedias de tiempo y temperatura. Sin embargo, las zonas más verdes (menor concentración) se localizan en los extremos del diseño experimental, lo cual indica que se obtiene una mayor eliminación del nitrato tanto a baja temperatura y tiempo elevado, como a alta temperatura y tiempos más cortos.

Esto sugiere que el comportamiento del proceso no sigue una respuesta lineal simple, sino que depende fuertemente de la interacción entre ambos factores. Es decir, no basta con aumentar temperatura o tiempo de forma aislada, sino que deben ser combinados adecuadamente para maximizar la eliminación del contaminante. Por tanto, la optimización debe centrarse en encontrar el equilibrio exacto entre ambos parámetros. Para hallar el punto exacto, se ha utilizado la Figura 4-8, de donde se puede extraer que el punto óptimo es $t=0,4$ y $T=-1$, lo que se traduciría en un tiempo de 19 h y una temperatura de 80°C .

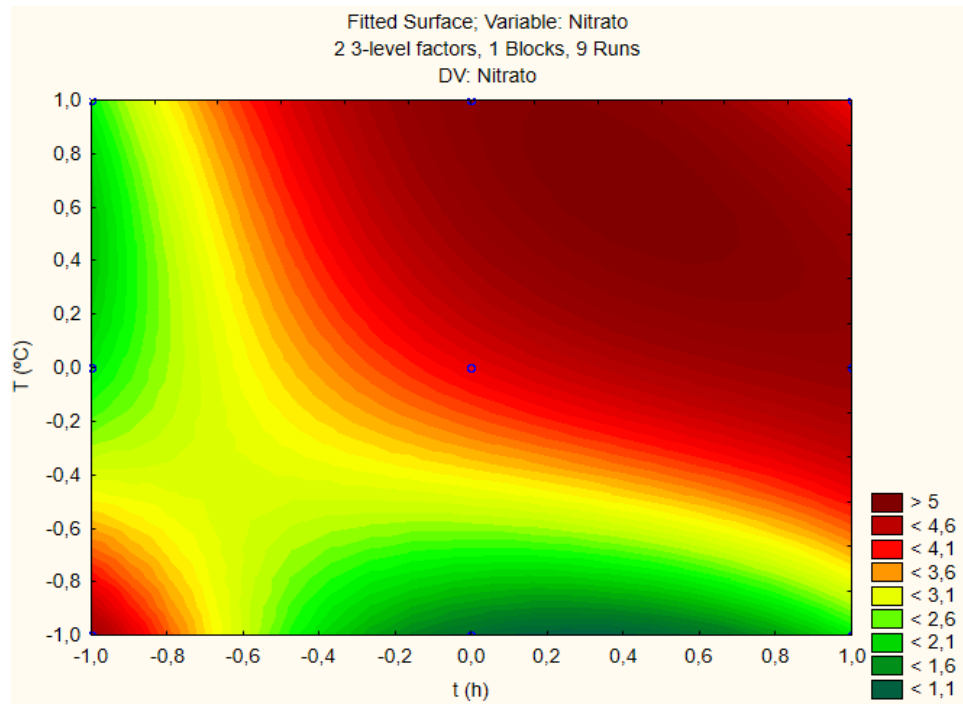


Figura 4-8 Gráfico de superficie de contorno (Contour Plot) para la eliminación del nitrato

El valor óptimo se obtiene aplicando la fórmula del modelo estadístico, que consiste en multiplicar cada coeficiente por el valor de su variable correspondiente y luego sumar todos los resultados, incluyendo la constante. En este caso, el valor óptimo previsto para la eliminación del nitrato en las condiciones seleccionadas es de 1,036 y representa el valor óptimo de eliminación estimado por el software a partir de los coeficientes de regresión y los valores codificados de las variables. Este valor se obtiene sumando el producto de cada coeficiente por su respectiva variable y refleja la condición teórica más favorable para maximizar la eliminación del contaminante en el sistema estudiado

Para simular ese punto óptimo, se ha utilizado el programa Statistics Academic, concretamente la gráfica de “predict values” (Figura 4-9) introduciendo estas variables, el resultado (1,036) ha sido el siguiente:

Predicted Value; Var.:Nitrato; R-sqr=1, 2 3-level factors, 1 Blocks, 9 Runs DV: Nitrato			
Factor	Regressn Coeff.	Value	Coeff. * Value
Constant	4,20000		
(1)t (h)(L)	1,40000	0,40000	0,56000
t (h)(Q)	-0,60000	0,16000	-0,09600
(2)T (°C)(L)	2,00000	-1,00000	-2,00000
T (°C)(Q)	-1,00000	1,00000	-1,00000
1L by 2L	1,12500	-0,40000	-0,45000
1L by 2Q	-1,62500	0,40000	-0,65000
1Q by 2L	-2,17500	-0,16000	0,34800
1Q by 2Q	0,77500	0,16000	0,12400
Predicted			1,03600
-95,% Conf.			
+95,% Conf.			
-95,% Pred.			
+95,% Pred.			

Figura 4-9 Predicción del valor óptimo de eliminación

Por otra parte, la gráfica (Figura 4-10) representa la correlación entre los valores observados experimentalmente y los valores predichos por el modelo estadístico ajustado para la variable dependiente nitrato. La línea roja indica el comportamiento ideal, en el que ambos valores coincidirían exactamente.

Como se puede observar, los puntos experimentales se alinean estrechamente con la recta de referencia, lo cual evidencia una buena capacidad predictiva del modelo. Esta proximidad entre valores observados y predichos valida la calidad del ajuste estadístico realizado, confirmando que el modelo empleado describe adecuadamente el comportamiento del sistema dentro del rango de estudio. En consecuencia, se puede considerar que el modelo generado es fiable para la interpretación de los resultados y la optimización de las condiciones experimentales.

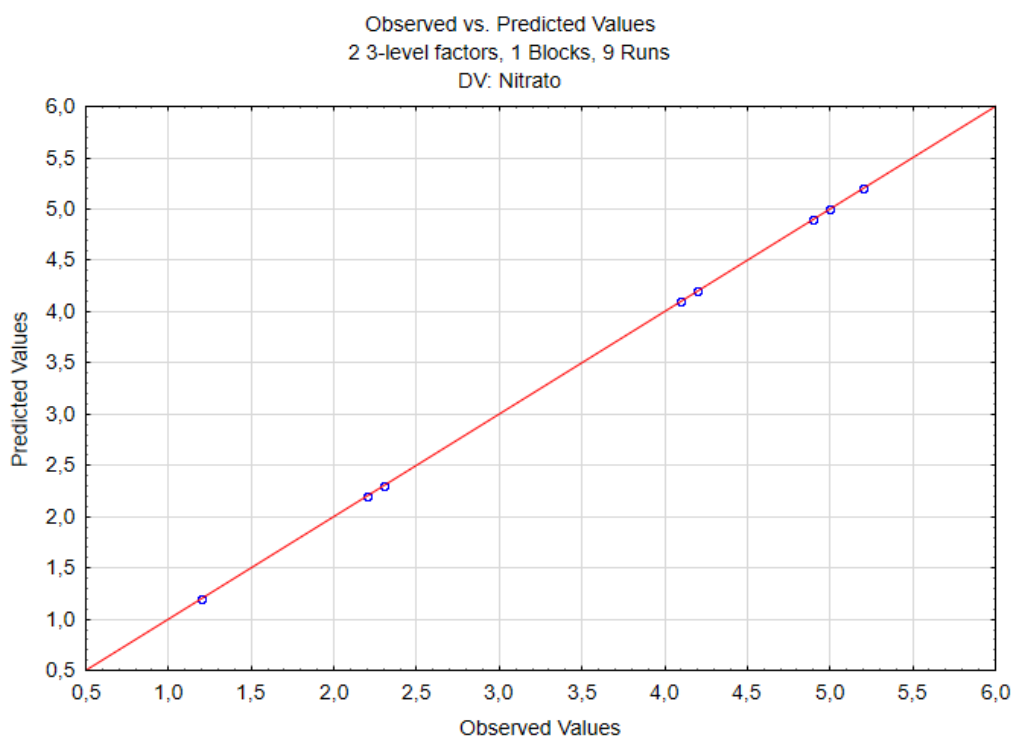


Figura 4-10 Resultados predichos vs Resultados observados

Aunque sus resultados de eliminación han sido más discretos, se ha comprobado la eficacia del uso de hidrotalcita sintetizada por HTC en condiciones específicas, alcanzando rendimientos superiores al 50 % en varios ensayos. Este resultado guarda cierta similitud con el estudio de Marco Delgado Pérez [30], quien evaluó la eliminación de fosfatos (de naturaleza iónica similar) y logró porcentajes de adsorción del 48 % en condiciones de 42 minutos de agitación y pH ajustado. Aunque los valores de eliminación del nitrato en el presente trabajo no han sido tan altos como los del amarillo titán, se ha demostrado su potencial mediante ajustes en las condiciones de síntesis, tiempo y temperatura, abriendo nuevas vías para la eliminación de contaminantes inorgánicos en medios acuosos.

4.4 Eliminación del cobre

Se realizó un experimento con el cobre, en las mismas condiciones que para el resto de los elementos, y como se puede apreciar en la Tabla 4-14, la adsorción del cobre es muy eficiente y que no procede su modernización.

Experimento	Eliminación (1)	Eliminación (2)
E6	0,38	0,17
E8	0	0
E9	0,04	0
E1	0	0
E2	0	0,03
E7	0	0
E4	0	0
E5	0,32	0
E3	0	0

Tabla 4-14 Tabla de eliminación del cobre

En este caso, la hidrotalcita obtenida mediante co-precipitación también alcanzó una eliminación total en un tiempo de 25 minutos. Estos datos reflejan su capacidad de adsorción frente a metales pesados, consolidándola como un material eficiente en el tratamiento de aguas.

4.5 Resultados y selección del colorante modelo

Los resultados obtenidos han mostrado un comportamiento variable según el tipo de colorante. En el caso del azul de metileno y el rojo de metilo, la hidrotalcita logró porcentajes de eliminación aceptables, con valores que en algunos casos superaron el 60 % e incluso alcanzaron eliminaciones por encima del 90 % en determinadas condiciones, especialmente con menores dosis de adsorbente y tiempos más cortos. Sin embargo, el colorante que destacó de forma clara fue el amarillo titán, que alcanzó eliminaciones de hasta 94 % en solo 5 minutos utilizando 0,125 g de hidrotalcita. Este excelente rendimiento permitió evaluar de manera más precisa la eficiencia del proceso de adsorción y el comportamiento del material sintetizado por diferentes métodos.

5 CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

5.1 Conclusiones

La temática del presente proyecto es la optimización de la síntesis hidrotermal de hidróxidos dobles laminares (HDL) mediante el uso de un reactor HTC, con el objetivo de aplicarlos en la eliminación de contaminantes presentes en aguas, tanto colorantes como compuestos inorgánicos como el nitrato o el cobre.

La selección de los colorantes con los que se ha trabajado (azul de metileno, rojo de metilo y amarillo titán) ha permitido analizar la eficiencia de la hidrotalcita sintetizada..

A partir de los experimentos llevados a cabo con la hidrotalcita tradicional, se ha determinado que una dosis de 0,250 g es la más eficiente para la eliminación de colorantes, ya que no se observan mejoras significativas con cantidades mayores. Posteriormente, se ha sintetizado hidrotalcita mediante el método HTC utilizando un diseño Box-Behnken, y se ha aplicado dicha muestra a la eliminación de los colorantes, así como de contaminantes como el nitrato y el cobre, con resultados variables según las condiciones de síntesis.

- Nitrato: los experimentos realizados muestran que la temperatura y el tiempo de síntesis influyen de forma significativa en la eficiencia del material, siendo los parámetros altos (160 °C y 24 h, valores correspondientes para t y $T = 1$) los más eficaces para lograr una mayor eliminación.
- Cobre: en este caso, los resultados muestran rendimientos más moderados, lo que sugiere que podrían necesitarse ajustes adicionales en la síntesis o combinar la hidrotalcita con otros adsorbentes para alcanzar una mayor eficiencia de eliminación.
- Amarillo titán: se confirma su eliminación total con todas las muestras de HDL sintetizadas mediante HTC en tan solo 1 minuto, validando su uso como referencia en ensayos rápidos de adsorción.

La tabla muestra los rendimientos obtenidos en los distintos experimentos de síntesis hidrotermal. En general, se observa que los valores alcanzados son buenos, con varios casos por encima del 70 %. Sin embargo, al compararlos con el rendimiento obtenido mediante el método de co-precipitación (91 %), se puede concluir que, aunque la síntesis hidrotermal es eficaz, no supera a la co-precipitación en cuanto a rendimiento total.

Finalmente, se concluye que el colorante más adecuado para evaluar la capacidad adsorbente de la HDL es el amarillo titán, por su rápida eliminación. No obstante, tanto el rojo de metilo como el nitrato también han mostrado resultados satisfactorios, presentando una buena respuesta frente a ciertas condiciones de síntesis, lo que indica que la hidrotalcita es efectiva frente a distintos tipos de

contaminantes. Todo desemboca en que existe un alto potencial en la aplicación de hidrotalcitas sintetizadas mediante HTC para el tratamiento de aguas contaminadas.

5.2 Líneas futuras

Mediante el presente Trabajo de Fin de Grado se ha demostrado que es posible sintetizar hidrotalcitas mediante un reactor HTC con alta eficiencia (80-90%) y aplicarlas con éxito en la eliminación de diversos contaminantes en el agua. Por ello, se presentan las siguientes líneas futuras:

- Repetir los experimentos utilizando HDL sintetizada mediante HTC con otros contaminantes orgánicos e inorgánicos para comprobar la versatilidad del material.
- Repetir el proceso probando con otros valores de las variables de tiempo y temperatura, esperando otras características de HDL.
- Estudiar el comportamiento de la HDL en presencia de mezclas de contaminantes, simulando condiciones más próximas a un vertido real.
- Combinar uno o varios colorantes para estudiar la eficacia y el comportamiento de las distintas técnicas.

6 BIBLIOGRAFÍA

- [1] L. Da Conceição, S. B. C. Pergher, C. C. Moro, y L. C. A. Oliveira, «Magnetic composites based on hydrotalcites for removal of anionic contaminants in water», *Quimica Nova*, vol. 30, n.º 5, pp. 1077-1081, 2007, doi: 10.1590/s0100-40422007000500005.
- [2] M. F. Béjar, «Síntesis De Hidróxidos Dobles Laminares (hdl) Y Su Aplicación a La Eliminación De Colorantes Aniónicos En Disolución Acuosa».
- [3] H. H. Rodríguez y O. Martínez-Alvarez, «Hidrotalcite with gentamicine, of the type $Mg_{0.68}Al_{0.32}(OH)_2(NO_3)_{0.32} \cdot 0.1H_2O$, formed by chemical coprecipitation in controlled atmosphere», presentado en TMS Annual Meeting, 2012, pp. 165-172. doi: 10.1002/9781118356074.ch22.
- [4] «Convenio de las Naciones Unidas sobre el Derecho de los Usos Internacionales del Agua para Fines Distintos de la Navegación (1997)».
- [5] «Protocolo de 1997 sobre la protección y el uso de los cursos de agua transfronterizos y los lagos internacionales (Convenio de Helsinki)».
- [6] «CleanSeaNet results», [En línea]. Disponible en: <https://www.emsa.europa.eu/csn-menu/csn-service.html>
- [7] «Directiva Marco del Agua (2000/60/CE)».
- [8] «Directiva de Aguas de Consumo (98/83/CE)».
- [9] «Directiva sobre la calidad de las aguas destinadas al baño (2006/7/CE)».
- [10] «Directiva 91/271/CEE del Consejo, de 21 de mayo de 1991, sobre el tratamiento de las aguas residuales urbanas». Accedido: 22 de febrero de 2025. [En línea]. Disponible en: <https://www.boe.es/doue/1991/135/L00040-00052.pdf>
- [11] «RD 509/1996». Accedido: 22 de febrero de 2025. [En línea]. Disponible en: <https://www.boe.es/eli/es/rd/1996/03/15/509/dof/spa/pdf>
- [12] Ministerio de Medio Ambiente, y Medio Rural y Marino, *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*, vol. BOE-A-2011-13028. 2011, pp. 85544-85560. Accedido: 22 de febrero de 2025. [En línea]. Disponible en: [https://www.boe.es/eli/es/res/2011/06/30/\(2\)](https://www.boe.es/eli/es/res/2011/06/30/(2))
- [13] «Real Decreto 3/2023, de 10 de enero, por el que se establecen los criterios técnico-sanitarios de la calidad del agua de consumo, su control y suministro.»
- [14] «Tratamiento de aguas industriales», Procesos Hidráulicos. Accedido: 22 de febrero de 2025. [En línea]. Disponible en: <https://tratamientosydepuraciondelagua.com/aguas-industriales/>
- [15] R. Kumar *et al.*, «A review on emerging water contaminants and the application of sustainable removal technologies», *Case Stud. Chem. Environ. Eng.*, vol. 6, p. 100219, dic. 2022, doi: 10.1016/j.cscee.2022.100219.

- [16] «Escasez de agua», *Wikipedia, la enciclopedia libre*. 10 de noviembre de 2024. Accedido: 23 de febrero de 2025. [En línea]. Disponible en: https://es.wikipedia.org/w/index.php?title=Escasez_de_agua&oldid=163502591
- [17] «Directiva Parlamento Europeo Relativa Al Vertido De Residuos». 14 de junio de 2018.
- [18] L. Penserini, A. Moretti, M. Mainardis, B. Cantoni, y M. Antonelli, «Tackling climate change through wastewater reuse in agriculture: A prioritization methodology», *Sci. Total Environ.*, vol. 914, p. 169862, mar. 2024, doi: 10.1016/j.scitotenv.2023.169862.
- [19] S. Wang *et al.*, «Ferroptosis-related genes participate in the microglia-induced neuroinflammation of spinal cord injury via NF- κ B signaling: evidence from integrated single-cell and spatial transcriptomic analysis», *J. Transl. Med.*, vol. 23, n.º 1, 2025, doi: 10.1186/s12967-025-06095-0.
- [20] S. O. Akinawo, «Eutrophication: Causes, consequences, physical, chemical and biological techniques for mitigation strategies», *Environ. Chall.*, vol. 12, p. 100733, ago. 2023, doi: 10.1016/j.envc.2023.100733.
- [21] J. Martínez y R. López, *Reutilización de aguas tratadas en la industria*, vol. 8. 2021.
- [22] P. Benito *et al.*, «The several hydrotalcites investigated as precursors of catalysts by Angelo Vaccari», *Catal. Today*, vol. 439, p. 114791, sep. 2024, doi: 10.1016/j.cattod.2024.114791.
- [23] L. Fu *et al.*, «Research progress on CO₂ capture and utilization technology», *J. CO₂ Util.*, vol. 66, p. 102260, dic. 2022, doi: 10.1016/j.jcou.2022.102260.
- [24] S. Sybounya y R. Nitisoravut, «Hybrid composite of modified commercial activated carbon and Zn-Ni hydrotalcite for fermentative hydrogen production», *J. Environ. Chem. Eng.*, vol. 9, n.º 1, p. 104801, feb. 2021, doi: 10.1016/j.jece.2020.104801.
- [25] D. R. Martínez y G. G. Carbajal, «Hidróxidos dobles laminares: arcillas sintéticas con aplicaciones en nanotecnología», *Av. En Quím.*, 2012.
- [26] R. Trujillano, F. M. Labajos, y V. Rives, «Hydrotalcites, a rapid survey on the very recent synthesis and applications procedures», *Appl. Clay Sci.*, vol. 238, p. 106927, jun. 2023, doi: 10.1016/j.clay.2023.106927.
- [27] A. Xian *et al.*, «Fluorinated LDHs for selective sorption of PFOS: Unveiling the roles of increased hydrophobicity and F-F interactions», *Sep. Purif. Technol.*, vol. 362, 2025, doi: 10.1016/j.seppur.2025.131851.
- [28] Y. Lu *et al.*, «Applications of layered double hydroxide nanomaterials in environmental remediation: Synthesis, structural modification and performance enhancement», *Surf. Interfaces*, vol. 52, p. 104902, sep. 2024, doi: 10.1016/j.surfin.2024.104902.
- [29] P. F. Hidalgo Serrano, «Tratamiento combinado de adsorción y oxidación para la eliminación de compuestos coloreados en aguas», UVIGO, 2022.
- [30] M. Delgado Pérez, «Preparación de arcillas sintéticas para el tratamiento de aguas contaminadas», UVIGO, 2020.
- [31] A. Encinar Montero, «Síntesis de adsorbentes para la eliminación de CO₂ y CH₄», UVIGO, Curso académico.
- [32] T. V. Toledo, C. R. Bellato, R. H. Do Rosário, y J. De Oliveira Marques Neto, «Adsorption of arsenic(V) by the magnetic hydrotalcite - Iron oxide composite», *Quimica Nova*, vol. 34, n.º 4, pp. 561-567, 2011.
- [33] L. Mokif, «Removal Methods of Synthetic Dyes from Industrial Wastewater: A review», *Mesop. Environ. J.*, vol. 5, pp. 23-40, dic. 2019, doi: 10.31759/mej.2019.5.1.0040.
- [34] Q. Zhang, S. Yan, X. Yan, y Y. Lv, «Recent advances in metal-organic frameworks: Synthesis, application and toxicity», *Sci. Total Environ.*, vol. 902, p. 165944, dic. 2023, doi: 10.1016/j.scitotenv.2023.165944.
- [35] A. Farhan *et al.*, «Progress in layered double hydroxides (LDHs): Synthesis and application in adsorption, catalysis and photoreduction», *Sci. Total Environ.*, vol. 912, p. 169160, feb. 2024, doi: 10.1016/j.scitotenv.2023.169160.

- [36] F. A. Alnasrawi, «Synthesis and application of layered double hydroxides as a superior adsorbent for the removal of hazardous contaminants from aqueous solutions: a comprehensive review».
- [37] S. A. Raheem y A. A. Mohammed, «Synthesis, characterization, and applications of layered double hydroxides nanocomposites for the adsorption of organic and inorganic contaminants from an aqueous solution: An overview», *Results Surf. Interfaces*, vol. 18, p. 100386, ene. 2025, doi: 10.1016/j.rsurfi.2024.100386.
- [38] «(PDF) Diseño Box-Behnken para la optimización de la adsorción del colorante azul ácido sobre residuos de flores», *ResearchGate*, feb. 2025, doi: 10.17230/ingciecia.9.18.4.
- [39] T. D. Nguyen *et al.*, «Eco-friendly synthesis of hydrotalcite-Ag nanosheets using *Areca catechu* L. nut extract and its antibacterial activity», *J. Sci. Adv. Mater. Devices*, vol. 9, n.º 2, p. 100678, jun. 2024, doi: 10.1016/j.jsamd.2024.100678.
- [40] A. Y. Goren, M. Temiz, D. Erdemir, y I. Dincer, «The role of effective catalysts for hydrogen production: A performance evaluation», *Energy*, vol. 315, p. 134257, ene. 2025, doi: 10.1016/j.energy.2024.134257.
- [41] D. Puyol, T. Hülsen, B. Padrino, D. J. Batstone, F. Martinez, y J. A. Melero, «Exploring the inhibition boundaries of mixed cultures of purple phototrophic bacteria for wastewater treatment in anaerobic conditions», *Water Res.*, vol. 183, p. 116057, sep. 2020, doi: 10.1016/j.watres.2020.116057.
- [42] A. Ghaly *et al.*, «Physical, Chemical and Biological Greywater Treatment Technologies for Effective Reuse: Critical and Comparative Analyses», vol. 3, pp. 740-793, nov. 2021, doi: 10.35629/5252-0311740793.
- [43] «Ficha de Datos de Seguridad: Azul de metileno».
- [44] «Ficha de Datos de Seguridad: Rojo de metilo». [En línea]. Disponible en: <https://www.carlroth.com/medias/SDB-T120-ES-ES.pdf?context=bWFzdGVyfHNIY3VyaXR5RGF0YXNoZWV0c3wyNDZMjJ8YXBwbGljYXRPb24vcGRmfGFEEVXIMMmcyTXk4NU1UYzFOelV5TkRjME5qVTBMMU5FUWw5VU1USXdYMFZUWDBWVExuQmtaZ3wxZmRlZW44YTJjYzBhY2UzNjMyY2NjZGE5NjJiYjIwNjQ5ZDA3M2Q0MDdmZTg4MTliMGJiMjQ3ZmU1NjNmN2M0>
- [45] «Thermo Scientific Chemicals SAL de sodio rojo de metilo | Fisher Scientific». Accedido: 25 de febrero de 2025. [En línea]. Disponible en: <https://www.fishersci.es/shop/products/methyl-red-sodium-salt-22/11438047>
- [46] «Ficha de Datos de Seguridad: Titan amarillo (C.I. 19540)».
- [47] «Ficha de datos de seguridad del nitrato conforme al Reglamento (CE) no 1907/2006 (REACH) modificado por 2020/878/UE».
- [48] «Ficha de datos de seguridad del cobre conforme al Reglamento (CE) no 1907/2006 (REACH) modificado por 2020/878/UE».
- [49] M. El Gamal, F. M. Mohamed, M. A. Mekewi, F. S. Hashem, M. R. El-Aassar, y R. E. Khalifa, «Adsorptive removal of Methyl orange from aqueous solutions by polyvinylidene fluoride tri-fluoro ethylene/carbon nanotube/kaolin nanocomposite: kinetics, isotherm, and thermodynamics», *Desalination Water Treat.*, vol. 193, pp. 142-151, jul. 2020, doi: 10.5004/dwt.2020.25690.

ANEXO I: IMPLICACIONES SOCIALES, ECONÓMICAS Y AMBIENTALES

La optimización de la síntesis hidrotermal de hidróxidos dobles laminares (HDL) mediante un reactor HTC para el tratamiento de aguas conlleva diversas implicaciones sociales, económicas y ambientales, que se detallan a continuación:

- **Implicaciones sociales:** La mejora en la síntesis de materiales adsorbentes como los HDL permite un tratamiento más eficiente de aguas contaminadas, lo que repercute directamente en la calidad del agua disponible para consumo humano y ecosistemas acuáticos. Esto contribuye a la protección de la salud pública, reduciendo la exposición a contaminantes como metales pesados y compuestos tóxicos, disminuyendo así la incidencia de enfermedades derivadas del contacto con agua contaminada. Además, el desarrollo de materiales más eficientes y sostenibles en la depuración del agua refuerza la concienciación social sobre la importancia de la gestión hídrica y el acceso a fuentes de agua limpias.
- **Implicaciones económicas:** La optimización del proceso de síntesis hidrotermal permite obtener materiales con mayor capacidad de adsorción y estabilidad, lo que reduce los costes operativos en el tratamiento de aguas. Al aumentar la eficiencia de los adsorbentes, se requiere un menor consumo de reactivos y energía, lo que se traduce en un menor gasto en infraestructuras de depuración. A largo plazo, el uso de tecnologías basadas en la síntesis hidrotermal puede hacer más accesible la purificación de aguas en industrias y municipios, generando un impacto económico positivo. Además, el desarrollo de nuevas tecnologías en el ámbito del tratamiento de aguas puede fomentar la creación de empleo especializado y atraer inversiones en sectores medioambientales y tecnológicos.
- **Implicaciones ambientales:** La eliminación eficiente de contaminantes como metales pesados, nitratos y compuestos orgánicos persistentes mediante materiales obtenidos por síntesis hidrotermal evita su acumulación en ecosistemas acuáticos, contribuyendo a la protección de la biodiversidad y la sostenibilidad de los recursos hídricos. Asimismo, la optimización del proceso en reactores HTC permite reducir el consumo energético y minimizar la generación de residuos secundarios, favoreciendo una menor huella ambiental. La implementación de tecnologías avanzadas en el tratamiento de aguas impulsa el uso de métodos más sostenibles y respetuosos con el medioambiente.

En general, la optimización de la síntesis hidrotermal de hidróxidos dobles laminares mediante un reactor HTC representa un avance significativo en el ámbito del tratamiento de aguas, con beneficios directos en la salud pública, la economía y la preservación del medioambiente. No obstante, para lograr un impacto positivo a largo plazo, es fundamental continuar con la investigación y el desarrollo de procesos eficientes y sostenibles, garantizando así una gestión del agua más responsable y accesible para la sociedad.

ANEXO II: REFLEXIONES ÉTICAS Y SOCIALES

El desarrollo y aplicación de nuevas tecnologías para el tratamiento de aguas plantea diversas cuestiones éticas y sociales, entre las que destacan las siguientes:

- **Acceso equitativo a tecnologías de tratamiento de agua:** La optimización de materiales como los hidróxidos dobles laminares (HDL) para la adsorción de contaminantes puede facilitar la implementación de sistemas de purificación de agua más eficientes y accesibles. La democratización de estas tecnologías es clave para reducir las desigualdades en el acceso al agua potable, especialmente en comunidades con escasos recursos donde la contaminación hídrica es un problema grave. Es una responsabilidad ética garantizar que los avances científicos en este campo beneficien a toda la sociedad y no solo a sectores privilegiados.
- **Responsabilidad ambiental y científica:** El desarrollo de nuevos procesos químicos, como la síntesis hidrotermal en reactores HTC, debe realizarse de manera sostenible y con un impacto ambiental mínimo. Investigadores, industrias y entidades gubernamentales deben comprometerse a desarrollar métodos que reduzcan el uso de reactivos peligrosos, minimicen residuos y optimicen la eficiencia energética. Además, la comunidad científica tiene la responsabilidad de divulgar sus avances de manera transparente, asegurando que las innovaciones en tratamiento de aguas sean aplicadas con un enfoque ético y respetuoso con el medioambiente.
- **Responsabilidad individual y social:** Más allá del desarrollo de nuevas tecnologías, es fundamental concienciar a la sociedad sobre el uso responsable del agua y la prevención de la contaminación hídrica. Cada individuo tiene un papel clave en la reducción del consumo de agua, la correcta eliminación de residuos y el respeto por los cuerpos de agua. La implementación de materiales avanzados como los HDL en sistemas de filtración es un paso importante, pero su impacto será mayor si se combina con políticas de educación ambiental y participación ciudadana.

En conclusión, la optimización de tecnologías para el tratamiento de aguas no solo debe centrarse en la eficiencia técnica, sino también en sus implicaciones éticas y sociales. La responsabilidad compartida entre científicos, industrias, gobiernos y ciudadanos es esencial para garantizar que el acceso al agua limpia y segura sea un derecho fundamental para todas las personas y no una exclusividad de ciertos sectores.