Estudio de la influencia del tamaño de partícula en la adsorción de iones Fe (III) por sílice biogénica sintetizada a partir de cascarillas de arroz

Study of the influence of particle size on the adsorption of Fe (III) ions by biogenic silica synthesized from rice husks.

Franco, Yhosmary¹; Castillo, Jimmy²; Pereira, Juan^{1*}

¹Laboratorio de Petróleo, Hidrocarburos y Derivados (PHD), Facultad Experimental de Ciencias y Tecnología (FACYT). Universidad de Carabobo (UC). Valencia, Venezuela.

²Laboratorio de Espectroscopía Láser, Facultad de Ciencias. Universidad Central de Venezuela (UCV). Caracas, Venezuela. <u>*jcpereir@uc.edu.ve</u>

Resumen

Los iones hierro representan un porcentaje importante en la contaminación por metales pesados en aguas residuales. El exceso de estos iones compromete tanto la vida de los ecosistemas acuáticos como la salud humana. En el presente estudio se utilizó sílice biogénica sintetizada a partir de cascarillas de arroz como biosorbente para la eliminación de iones Fe (III). Se empleó el método de adsorción por lotes para estudiar las propiedades adsorbentes de la sílice biogénica y determinar la influencia del tamaño de partícula, el tiempo de contacto, y la concentración inicial de iones en solución, en la adsorción de los iones Fe (III) por sílice biogénica. Se estudiaron muestras de sílice de diferentes tamaños, sin moler (20um) y sometida a diferentes tiempos de molienda (15 y 5 nm). La distribución de tamaño de la sílice biogénica se caracterizó por la técnica de Dispersión Dinámica de Luz (DDL). Se aplicaron estudios de la morfología y análisis químico elemental por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Espectroscopía de rayos X de Energía Dispersiva (EDX), y de identificación de compuestos químicos por Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FT-IR). Se aplicaron los modelos de Freundlich, Langmuir y Temkinpara para describir las isotermas de adsorción del Fe (III) por sílice biogénica. Los datos experimentales se ajustaron mejor al modelo de isoterma de Langmuir. En el estudio con un tiempo de contacto de 30 min, las muestras de sílice biogénica de 20 μm, 15 nm y 5 nm obtuvieron una capacidad de adsorción máxima de 42,9 mg/g, 87,8 mg/g y 133,9 mg/g respectivamente. Se realizaron además ensayos de desorción y regeneración de las nanopartículas (NP) de sílice biogénica, obteniendo una buena eficiencia para su reutilización. Se concluyó que a medida que disminuye el tamaño de partícula de la sílice biogénica, la capacidad de adsorción de iones Fe (III) aumenta, mostrando que las NP de sílice biogénica son un material adsorbente ecológico prometedor para la eliminación de metales pesados en el agua.

Palabras clave: adsorción, nanopartículas, sílice biogénica, cascarilla de arroz, Fe (III).

Abstract

Iron ions represent an important percentage in heavy metal pollution in wastewater. The excess of these ions' compromises both the life of aquatic ecosystems and human health. In the present study, biogenic silica synthesized from rice husks was used as a biosorbent for the removal of Fe (III) ions. The batch adsorption method was used to study the adsorbent properties of biogenic silica and determine the influence of particle size, contact time, and initial concentration of ions in solution on the adsorption of Fe (III) ions by biogenic silica. Samples of silica of different sizes were studied, unmilled (20µm) and subjected to different milling times (15 and 5 nm). The size distribution of biogenic silica was characterized by the Dynamic Light Scattering (DLS) technique. Morphology and elemental chemical analysis studies were applied by Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX), and identification of chemical compounds by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR). The Freundlich, Langmuir and Temkin models were applied to describe the adsorption isotherms of Fe (III) by biogenic silica. The experimental data were best fitted to the Langmuir isotherm model. In the study with a contact time of 30 min, biogenic silica samples of 20 µm, 15 nm, and 5 nm obtained a maximum adsorption capacity of 42.9 mg/g, 87.8 mg/g, and 133.9 mg/g, respectively. Desorption and regeneration tests of biogenic silica nanoparticles (NP) were also performed, obtaining good efficiency for their reuse. It was concluded that as the particle size of biogenic silica decreases, the adsorption capacity of Fe (III) ions increases, showing that biogenic silica NPs are a promising ecological adsorbent material for heavy metal removal in water.

Keywords: adsorption, nanoparticles, biogenic silica, rice husk, Fe (III).

1. Introducción

Los sistemas actuales de producción industrial usan metales pesados para la extracción de un material o como elemento en la refinación de un producto en particular, lo que en principio resulta como un proceso de bajo costo de producción, cuando se descargan en fuentes hídricas se convierte en un grave problema a nivel ambiental debido a los altos niveles de toxicidad de los metales que afecta tanto a organismos vivos, sistemas ecológicos, como a la calidad de la vida humana (Benites y col., 2021).

El ion de Fe (III) es un metal de amplio empleo en procesos de catálisis, biológicos y biotecnológicos. Una ingesta adecuada de Fe (III) previene ciertas enfermedades, pero si la concentración de iones Fe (III) supera la capacidad del organismo, adquiere propiedades tóxicas. Como consecuencia, es importancia controlar las concentraciones de Fe (III) en el agua para evitar problemas ambientales y de salud (Shahat y col., 2022).

Se ha investigado ampliamente varios materiales para la adsorción y eliminación de iones Fe (III), tales como el carbón activado, ya sea proveniente de orujos de aceitunas (Corral y col., 2021) o derivado a partir de semillas de tamarindo, este último con una capacidad de adsorción de 0,019 mg/g (Mopoung y col., 2015). Estudios con arcilla esméctica, cruda o tratada con ácido, reportan capacidades de adsorción de iones Fe (III) de 12,86 mg/g y 19,25 mg/g, respectivamente (Khalfa y col., 2021). Otros estudios han trabajado con zeolita (10,19 mg/g), arcilla bentonita (16,65 mg/g) (Bakalár y col., 2020), caolinita modificada con ácido(39,80 mg/g) (Dim y col., 2021), sepiolita (Kocaoba, 2020), superficies de carbonato de zinc anhidro (smithsonita) (Deng y col., 2017), películas de quitosano (140,2 mg/g) (Marques y col., 2018), nanocompuestos de óxido de manganeso (Samadani y col., 2018), soportes de gel de sílice (Li v col., 2019), entre otros. Por su parte el café (85,5 mg/g), y las hojas de té en polvo (285,0 mg/g) se han evaluado también para la eliminación de iones Fe (III) por medio de procesos de adsorción (Elsherif y col., 2018).

Algunos de los nanoadsorbentes más utilizados para la purificación del agua incluyen sílice y nanomateriales híbridos a base de sílice, debido a su estabilidad química, bajo costo y relativamente fácil modificación superficial. Las principales características de las nanopartículas (NP) de sílice (químicamente dióxido de silicio, SiO₂) es la presencia de grupos hidroxilos en la superficie. Los grupos hidroxilos presentes en la superficie de la sílice se denominan "silanoles", ya que están unidos al átomo de silicio. Estos silanoles imparten funcionalidad a las partículas ya que los grupos hidroxilos pueden acomplejar selectivamente ciertos compuestos o iones metálicos. Existen varios métodos para la síntesis y modificación de NP de sílice. Estos métodos incluyen sol-gel, hidrotermal, microemulsión inversa y síntesis de llama de nanopartículas de sílice (Jadhav y col., 2019). Sin embargo, la mayoría de estos métodos son de difícil aplicación en la producción a gran escala, debido a los procedimientos complicados, altas temperaturas, largos períodos de reacción, y reactivos químicos tóxicos y dañinos para el medio ambiente implicados en su ejecución. Esto ha animado a los investigadores a buscar nuevas metodologías para obtener nanopartículas de sílice y sus compuestos de maneras más económicamente rentables, en cantidades aplicables a nivel industrial, y amigables con el medio ambiente (Castillo y col., 2022).

Una alternativa propuesta es la utilización de materiales de origen orgánico, principalmente subproductos de la actividad agrícola. Entre la variedad de residuos agrícolas o biomasas disponibles, la cascarilla de arroz (RH) ocupa una posición preeminente, no sólo en términos de cantidad producida a nivel mundial, sino también por sus características químicas únicas. Ya se ha adelantado el estudio de las propiedades de adsorción de la cascarilla de arroz debido a su bajo precio y riqueza en sílice (Soltani y col., 2015).

La cascarilla de arroz es una biomasa de lignocelulosa que consiste en lignina, celulosa y hemicelulosa. La lignina es el componente principal que forma el carbón vegetal, útil para el proceso de adsorción. La cascarilla de arroz contiene aproximadamente un 32% de celulosa, 21% de hemicelulosa, 21% de lignina, 20% de sílice y un 3% de proteína (Maliki y col., 2019). La combustión de la cascarilla de arroz produce cenizas compuestas principalmente de sílice, en más de 90%, con algunas impurezas metálicas (Bakar y col., 2016). La sílice de alta pureza se puede producir mediante combustión controlada, después del tratamiento de la cascarilla con ácido

La sílice sintetizada a partir de la cascarilla de arroz ha sido modificada con diferentes compuestos para potenciar sus propiedades como material adsorbente. Susanti y col. (2019), trabajaron en el desarrollo de un adsorbente utilizando gel de sílice extraído de la cáscara de arroz, el cual fue modificado con 3-aminopropiltrimetoxisilano y luego con Llisina. El propósito de la modificación fue aumentar el grupo activo en la superficie del gel de sílice, haciéndolo más selectivo para unirse a los iones Fe (III). La mayor capacidad de adsorción de la sílice sin modificar fue de 39,7 mg/g, mientras que la modificada alcanzó 46,6 mg/g.

En su investigación Nata y col. (2020) estudiaron el desempeño de un adsorbente a base de fibra de cascarilla de arroz (RHF) y nanopartículas magnéticas (MNP) en la adsorción de iones Fe^{3+} . La adsorción óptima fue alcanzada a pH

5 en un período de 60 minutos. La capacidad de adsorción para el biocompuesto de cáscara de arroz sin modificaciones (BRH-M) fue de 47,63mg/g, mientras que el modificado por un grupo amina (BRH-MH) logró 52,46 mg/g. En cuanto a su reutilización, el BRH-MH mostró un buen desempeño en 4 usos consecutivos.

Adicionalmente Hossain y col. (2022) sintetizaron un adsorbente a base de cascara de arroz (RH) activada con hidróxido de potasio (KOH) y modificada con nanopartículas de plata (Ag) (NP Ag-KOH-RH) y fue aplicado en aguas residuales sintéticas para tratar iones de metales pesados peligrosos. La absorción máxima de Fe³⁺ fue 0,98 mg/g,

En resumen, los materiales pirolizados de residuos de cultivos de arroz, como la cáscara de arroz, pueden ser una opción ecológica para reducir la disponibilidad de hierro en la solución del suelo, siempre que tengan las características químicas y físicas apropiadas con respecto a la adsorción de hierro (Figueiredo y col., 2020).

El objetivo de esta investigación fue estudiar la influencia como el tiempo de interacción, la relación de masa de adsorbente y del tamaño de partícula de la sílice biogénica sintetizada a partir de la ceniza de cascarillas de arroz, en la capacidad de adsorción de Fe (III) en solución acuosa, los resultados muestran que la capacidad adsorptiva depende de manera importante del tamaño, incrementándose hasta 20 veces cuando se reduce por debajo de los 10 nm.

2. Marco teórico

La adsorción es un fenómeno fisicoquímico de gran importancia debido a sus múltiples aplicaciones en el laboratorio y en la industria química. En particular resulta fundamental en procesos químicos que son acelerados por la presencia de catalizadores, cuyo estado de agregación es distinto al de los reactivos. Durante la adsorción de un gas o de un soluto en disolución, sus partículas se acumulan sobre la superficie de otro material. La sustancia que se adsorbe se denomina *adsorbato* y el material sobre el que lo hace es el *adsorbente*. En general se identifican dos tipos básicos de adsorción: la adsorción física, o *fisisorción* y la adsorción química, o *quimisorción; la* diferencia entre ellas radica en el tipo de interacciones entre el adsorbente y el adsorbato. Por su parte el proceso inverso a la adsorción se conoce como *desorción* (Tubert y Talanquer, 1997).

El proceso de adsorción se puede llevar a cabo de cualquiera de las siguientes formas: por lotes, continua en lecho fijo, en tanque de flujo continuo, en lecho móvil continuo, en lecho fluidizado continuo, o lecho pulsado. Los dos procedimientos más utilizados son el modo discontinuo y continuo para la eliminación de contaminantes de un medio acuoso (Gusain y Bux, 2021).

Las isotermas de adsorción y sus correspondientes ecuaciones caracterizan los procesos de adsorción de manera completa y minuciosa. Las isotermas de adsorción describen y predicen la cantidad de material adsorbido en función de la presión (o concentración) a temperatura constante. En todos los procesos de adsorción industrial es crucial conocer los datos de equilibrio, la capacidad de adsorción del adsorbente y la cinética del proceso con fines de diseño y optimización (Mozaffari y col., 2022).

Por lo tanto, para estimar la capacidad de adsorción (q_e) del adsorbente se determina la cantidad de material que es retirado de la solucion por gramo de adsorbente deacuerdo a la ecuacion 1 (Nguyen y col., 2019):

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)}{m} \times V(1)$$

Donde C₀ y C_e son la concentración inicial y la concentración en equilibrio de iones metálicos, respectivamente, *m* es la masa del adsorbente utilizado y V es el volumen de solución.

La eficiencia de remoción (R) de los iones metálicos por el adsorbente se determina calculando el porcentaje de material adsorbido con respecto al inicial usando la ecuación 2 (Dim y col., 2021):

$$\% R = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times 100 \ (2)$$

Existen diferentes modelos de isotermas de adsorción, en esta investigación se trabajó con el modelo de isoterma de Freundlich, Langmuir y Temkin.

La isoterma de adsorción de Freundlich es un modelo de isoterma propuesto por Herber Freundlich basado en resultados experimentales. Este modelo es aplicable en los estudios de adsorción sobre superficies rugosas y multisitio (heterogéneo). La isoterma de Freundlich es modelada según la siguiente ecuación. (Mozaffari y col., 2022):

$$\boldsymbol{q}_{\boldsymbol{e}} = \boldsymbol{k}_{\boldsymbol{F}} \boldsymbol{C}_{\boldsymbol{e}}^{\boldsymbol{n}_{\boldsymbol{F}}} \left(3 \right)$$

Donde k_F y n_F son el potencial de adsorción y las constantes de fuerza del modelo de isoterma de Freundlich, respectivamente. Al tener el parámetro (n_F), la isoterma de Freundlich puede describir la heterogeneidad de la superficie, es decir, las superficies homogéneas tienen $n_F = 1$, lo que representa que la adsorción es proporcional al porcentaje de sitios ocupados.

La forma linealizada de la isoterma de Freundlich, se expresa en la siguiente ecuación (Zhu y col., 2018):

$$\operatorname{Ln}(q_e) = \operatorname{Ln}(k_F) + \frac{1}{n_F} \operatorname{Ln}(\mathcal{C}_e)$$
(4)

Por su parte, el modelo de isoterma de Langmuir, una de las primeras isotermas propuestas, asume el adsorbato y el adsorbente de manera ideal. De este modelo se implementa para superficies homogéneas. Otro supuesto de este modelo de isoterma es la reversibilidad del proceso de adsorcióndesorción. La isoterma de Langmuir se puede obtener a partir de estas suposiciones, y es descrita por la ecuación 5 (Mozaffari y col., 2022):

$$q_e = \frac{q_{m,L}k_L C_e}{1 + k_L C_e} (5)$$

Donde $q_{m,L}$ es la capacidad máxima de adsorción de la monocapa de la isoterma de Langmuir (mg/g), k_L es la constante de isoterma de Langmuir (dm³/mg) o constante de afinidad entre la sílice biogénica y los iones de Fe (III), además k_L es la relación entre la constante cinética de adsorción y la constante cinética de desorción.

La forma linealizada de la isoterma de Langmuir, se expresa en la siguiente ecuación (Zhu y col., 2018):

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{C_e}{q_{m,L}} + \frac{1}{q_{m,L} \times k_L} (6)$$

Otro parámetro importante, es el factor de separación (R_L) , este predice la naturaleza de la adsorción (espontaneidad) y se define según la siguiente ecuación (Figueiredo y col., 2020):

$$\boldsymbol{R}_L = \frac{1}{1 + k_L q_{m,L}} \left(7 \right)$$

Si $R_L > 1$, la isoterma es desfavorable; si $R_L = 1$, la isoterma es lineal; y si $0 < R_L < 1$, la isoterma es favorable.

Finalmente, en el caso de que las interacciones entre el adsorbato y el adsorbente tengan energías mayores a una interacción física, el modelo de isoterma de Temkin, contiene un factor que toma en cuenta explícitamente las interacciones adsorbente-adsorbato. Al ignorar el valor extremadamente bajo o grande de las concentraciones, el modelo asume que el calor de adsorción (función de la temperatura) de todas las moléculas en la capa disminuiría con la cobertura linealmente en lugar de logarítmicamente. La derivación de la ecuación de la isoterma de Temkin se caracteriza por una distribución uniforme de energías de enlace, hasta alguna energía de enlace máxima. El modelo viene dado por la siguiente ecuación (Olalekan y col., 2012):

$$q_e = \frac{RT}{b} ln(A_T C_e) (8)$$

Y la forma linealizada de la isoterma de Temkin es:

$$q_e = BlnA_T + BlnC_e (9)$$

$$\boldsymbol{B} = \frac{\boldsymbol{R}\boldsymbol{T}}{\boldsymbol{b}_{\boldsymbol{T}}} \left(10\right)$$

Donde, A_T es la constante de enlace de equilibrio de la isoterma de Temkin (L/mg), b_T es la constante de isoterma de Temkin, R es la constante universal de los gases (8,314 J/mol·K), T es la temperatura a 298 K y B es la constante relacionada con el calor de sorción (J/mol).

Estos modelos permiten comprender el tipo de interacción que ocurre durante el proceso de adsorción y provee información importante para comprender la naturaleza del fenómeno.

3. Procedimiento experimental

3.1. Materiales

Los reactivos químicos utilizados en este estudio fueron de grado analítico. Cloruro de hierro (III) hexahidratado (FeCl₃·6H₂O al 99%) de Riedel-de-Haën (Fisher Scientific), tiocianato de amonio (NH4SCN al 99%) de Merck y agua destilada.

3.2. Preparación del adsorbente

Las muestras de sílice biogénica utilizadas en este estudio, se prepararon a partir de partículas de SiO₂ adquiridas en el Laboratorio de Espectroscopía Láser de la Universidad Central de Venezuela (UCV). Las partículas de SiO₂ fueron obtenidas previamente de ceniza de cascarillas de arroz provenientes de cultivos venezolanos, y sintetizadas según el método reportado por (Castillo y col., 2022), donde las cascarillas de arroz fueron lavadas y lixiviadas en medio ácido, y finalmente calcinadas. A continuación, una primera muestra de sílice biogénica se sometió a molienda por un tiempo de 4 horas mientras una segunda permaneció 10 horas en molienda, esto utilizando un molino de bolas. El polvo obtenido se tamizó utilizando un tamiz de 45 µm. El adsorbente se almacenó en envases de plásticos herméticos para su uso posterior sin ningún tratamiento adicional.

3.3. Caracterización

Para determinar la distribución de tamaño de partícula de la muestra de sílice biogénica sin moler y de las sometidas a diferentes tiempos de molienda, una cantidad pequeña de cada muestra se dispersó en agua en un vial limpio y sin daños en su superficie, dentro de un ultrasonido por 10 min. Posteriormente se tomaron medidas en el equipo de dispersión dinámica de luz (DLS, por sus siglas en inglés, Dynamic Light Scattering) del Laboratorio de Espectroscopía Láser de la Universidad Central de Venezuela (UCV).

La morfología de la sílice biogénica se evaluó mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés, *Scanning Electron Microscopy*) y el análisis químico elemental por espectroscopía de rayos X de energía dispersiva (EDS, por sus siglas en inglés, *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*), utilizando un equipo QUANTA 250 FEG de la casa FEI.

Finalmente, se realizó una identificación de los compuestos químicos de la sílice biogénica mediante Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FT-IR), utilizando un equipo Shimatzu FTIR.

3.4. Curva de calibración

Para este estudio se realizó una curva de calibración midiendo la absorbancia de una serie de soluciones patrones con concentraciones conocidas, preparadas a partir de una solución madre de 100 ppm de cloruro férrico hexahidratado. El ion Fe (III) fue acomplejado con tiocianato de amonio para sus medidas en un espectrofotómetro de UV-Visible (marca Ocean Optics - Fiber Optic Spectometer USB2000). Se efectuó un barrido de 300 nm a 500 nm, y se seleccionó la longitud de onda resultante del pico de absorbancia máxima, la cual fue de 480,66 nm. El resultado se expresó en una gráfica de absorbancia (A) en función de la concentración (mg/L). El sistema siguió la ley de Lambert-Beer obteniendo una línea recta. Esta curva nos permitió determinar, gráficamente, la concentración de las muestras desconocidas, midiendo la absorbancia de cada muestra e interpolando en la curva de calibración obtenida.

3.5. Métodos

3.5.1. Adsorción de Fe (III) en sílice biogénica

Se realizó un análisis de la influencia del tiempo en la adsorción de Fe (III) en solución acuosa por sílice biogénica sin moler, sílice biogénica sometida a un proceso de molienda de 4 horas y sílice biogénica sometida a 10 horas de molienda. Para cada análisis, se dispuso de una serie de tubos falcón con 0,1 g de la sílice biogénica y un volumen de 10 mL de solución de FeCl₃·6H₂O a 2.500 ppm de concentración. Cada tubo falcón se sometió a agitación constante (250 rpm) por intervalos de tiempo diferentes (5 a 60 min). Una vez transcurrido el tiempo de contacto, los tubos fueron centrifugados por 20 min a 1.500 rpm. Se tomaron alícuotas de cada sobrenadante, se acomplejó los iones Fe (III) con tiocianato de amonio y se midieron las muestras problemas en el espectrofotómetro de UV-Visible, tomando en cuenta la longitud de onda seleccionada previamente (480,66 nm). Los experimentos se realizaron a temperatura ambiente y un pH de 2,0.

Para la evaluación de la influencia de la concentración en la adsorción de Fe (III) por las diferentes muestras de sílice biogénica, se utilizó la misma cantidad de adsorbente, el mismo volumen de adsorbato, y el tiempo de contacto que resultó más favorable en el análisis de la influencia del tiempo (30 min), con la variación de la concentración de la solución de FeCl₃·6H₂O (250 a 2.500 ppm).

3.5.2. Evaluación de la desorción y regeneración de las NP de sílice biogénica

Las muestras de sílice biogénica sometidas a 10 horas de molienda, utilizadas en el experimento del análisis de la concentración fueron sometidas a un secado a 60 °C por un tiempo de 24 horas. Seguidamente se evaluó la desorción de Fe (III) utilizando 10 mL de agua destilada y agitando por un tiempo de 30 min. Este experimento se llevó a cabo a temperatura ambiente y pH 2. El porcentaje de desorción (Ds) de iones metálicos se expresó mediante la siguiente ecuación (Dim y col., 2021):

$$\boldsymbol{D}_{\boldsymbol{s}}(\%) = \left(\frac{M_1}{M_2}\right) \times \mathbf{100} \ (8)$$

Donde M_1 es la cantidad de iones metálicos desorbidos (mg) y M_2 es la cantidad de iones metálicos adsorbidos (mg).

Seguidamente, las muestras de sílice biogénica utilizadas en el experimento de desorción con agua, fueron lavadas con agua destilada, para luego ser sumergidas en 30 mL de HCl 0,1 N durante 24 h. Posteriormente, las NP de sílice biogénicas se sometieron a agitación constante y a calentamiento en la solución de HCl por un tiempo de 120 min, se enjuagó 3 veces el adsorbente con agua destilada, se secó a una temperatura de 60 °C por 24 h. Finalmente, las NP de sílice biogénica regeneradas se utilizaron en un nuevo ciclo de adsorción por lotes con 10 mL de una solución de 2.500 ppm de cloruro de hierro (III) hexahidratado y un tiempo de 30 min. Se evaluó la capacidad de adsorción antes y después de la desorción y regeneración.

4. Resultados y discusión

4.1. Caracterización de tamaño

Dispersión dinámica de luz (DLS) se refiere a la técnica de medición e interpretación de la dispersión de luz debida al movimiento browniano de partículas en una suspensión (Tosi y col., 2020). En DLS se usa luz láser visible no invasiva que se enfoca en partículas disueltas y analiza la luz dispersada para revelar su tamaño (Falke ycol., 2019).

Las distribuciones de tamaño obtenidas por DLS para la muestra de sílice biogénica sin moler se muestran en la Fig. 1. Se observa una distribución de tamaño de partícula de 1 a 70 μ m, centrada entre 20 y 30 μ m.



Fig. 1. Distribución de tamaño de sílice biogénica sin moler medidas por DLS. Size distribution of unground biogenic silica measured by DLS (Franco, 2022).

La Fig. 2 muestra las distribuciones de tamaño obtenidas para la muestra de sílice biogénica sometidas a un tiempo de molienda de 4 horas. Se obtuvo una distribución de tamaño de 5 a 65 nm, centrada principalmente entre 10 y 20 nm.



Fig. 2. Distribución de tamaño de sílice biogénica con un proceso de molienda de 4 horas medidas por DLS. Size distribution of biogenic silica with a 4-hour grinding process measured by DLS (Franco, 2022).

Finalmente, la sílice biogénica sometida a un tiempo de 10 horas de molienda obtuvo una distribución de tamaño de 1 a 14 nm, centrada entre 4 y 6 nm (Fig. 3).



Fig. 3. Distribución de tamaño de sílice biogénica con un proceso de molienda de 10 horas medidas por DLS. Size distribution of biogenic silica with a 10-hour grinding process measured by DLS (Franco, 2022).

Los gráficos de DLS muestran líneas discontinuas que representan el ajuste con una función gaussiana. Se observa una diferencia importante, la disminución del tamaño de partícula a medida que aumenta el tiempo de molienda.

4.2. Caracterización morfológica y análisis elemental

El estudio SEM se utilizó para caracterizar los cambios morfológicos de la sílice biogénica natural sin moler y la sílice biogénica luego de un proceso de molienda de 4 horas. La morfología de la sílice biogénica se muestra en la Fig. 5. La micrografía correspondiente a la sílice biogénica sin moler (Fig. 5a) muestra la presencia de una mezcla de partículas de diferentes tamaños y formas irregulares. La sílice sometida a un proceso de molienda (Fig. 5b) muestra una clara diferencia, se produjeron aglomerados de nanopartículas con morfología aproximadamente esféricas, de superficie porosa, rugosa y esponjosa, que permiten aumentar el área específica. La agregación de nanopartículas probablemente se deba a las fuerzas de atracción existentes entre ellas. El análisis EDS elemental (Fig. 4 y Tabla 1) muestra que la sílice biogénica sintetizadas a partir de cascarillas de arroz está constituida principalmente por dióxido de silicio (SiO₂) y una pequeña fracción de Na.



Fig. 4. Espectro de EDS de la sílice biogénica. EDS spectrum of biogenic silica (Franco, 2022).

Tabla 1. Composición elemental de la sílice biogénica sin moler determinada por EDS. Elemental composition of unground biogenic silica determined by EDS.

Ele-	W%	A%	
mento			
0	52,15	65,58	
Na	0,86	0,76	
Si	46,99	33,6	



Fig. 5. Imágenes SEM de muestras de sílice biogénica sin moler (a) y sometidas a un proceso de molienda de 4 h (b). SEM images of unground biogenic silica samples (a) and subjected to a 4-h grinding process (b) (Franco, 2022).

Los grupos funcionales, presentes en la sílice biogénica sin moler, antes del proceso de adsorción evaluado por FTIR (Fig. 6), confirman la composición química del adsorbente, mostrándose las 3 señales características del SiO₂ que están a 1080, 948, 797 (cm⁻¹) (Piña y col., 2012). Los picos de transmitancia en 3600 indican la presencia del grupo hidroxilo. Este grupo puede derivar de fenoles, alcoholes, éteres o ésteres. El pico de 1617 muestra el tramo relacionado con los aldehídos. Los estiramientos que se producen en 1090 confirman la presencia de grupos silanoles Si-OH y siloxanos Si-O-Si-OH. Se verificó un pico específico 793 para Si-H en este material (Figueiredo y col., 2020)



Fig. 6. Espectro de Infrarrojo de la sílice biogénica natural (sin moler). Infrared spectrum of natural biogenic silica (unground) (Franco, 2022).

4.3. Influencia del tiempo de contacto

Se estudió la influencia del tiempo de contacto en la adsorción de iones Fe (III) sobre la sílice biogénica en sus diferentes tamaños de partícula, utilizando una concentración inicial constante de iones metálicos de 2.500 ppm, a temperatura ambiente en un sistema discontinuo. El rango del tiempo de contacto estuvo entre 5 y 60 min.

La Fig. 7 ilustra el efecto del tiempo de contacto en la capacidad de adsorción de iones Fe (III) en la sílice biogénica con diferentes tamaños de partícula. Se observó que la máxima eficiencia de remoción de iones Fe (III) fue al transcurrir un tiempo de contacto de 30 min. Luego de ese tiempo la eficiencia de la de sílice biogénica descendió ligeramente. En este punto, el mejor resultado lo evidenció la sílice biogénica sometida a 10 horas de molienda (tamaño de partícula promedio de 5 nm) con una capacidad de adsorción de 129,3 mg/g. Por lo tanto, el tiempo de contacto óptimo seleccionado para las tres muestras fue de 30 min en experimentos posteriores.



Fig. 7. Análisis de la influencia del tiempo de contacto en la remoción de iones Fe (III) por sílice biogénica con diferentes tamaños de partícula. Analysis of the influence of contact time on the removal of Fe (III) ions by biogenic silica with different particle sizes (Franco, 2022).

Este resultado se debe al uso progresivo de sitios de adsorción vacantes en la superficie adsorbente a medida que transcurre el tiempo de contacto. Durante la etapa inicial de sorción, un gran número de sitios superficiales vacantes estaban disponibles para la adsorción. Después de un lapso de tiempo esos sitios superficiales vacantes son ocupados debido a las fuerzas de repulsión entre las moléculas de soluto en la superficie del adsorbente y la fase principal (Zhang y col., 2014).

La estabilización del proceso de adsorción en la sílice biogénica es característica de sólidos mesoporosos como el dióxido de silicio que está compuesto por una colección interconectada de poros de diferentes formas y tamaños, características de las cuales depende su proceso de llenado y su comportamiento, influyendo así en el proceso de adsorción.

4.4. Influencia de la concentración de iones Fe (III)

Se estudió la influencia de la concentración de iones Fe (III) en su adsorción sobre la sílice biogénica en sus diferentes tamaños de partícula, utilizando una concentración inicial de iones metálicos que varió de 250 ppm a 2.500 ppm y un tiempo de contacto de 30 min.

Se graficó la concentración en equilibrio de iones Fe (III) en función a su concentración inicial. Los resultados se muestran en la Fig. 8, donde se observa que la concentración de los iones Fe (III) en equilibrio aumenta a medida que la concentración inicial de los iones metálicos es mayor. Se evidencia además que a medida que el tamaño de partícula se hace menor, es mayor la eficiencia de remoción del adsorbente.



Fig. 8. Análisis de la influencia de la concentración en la adsorción de iones Fe (III) por sílice biogénica con diferentes tamaños de partícula. Analysis of the influence of concentration on the adsorption of Fe (III) ions by biogenic silica with different particle sizes (Franco, 2022).

4.5. Isotermas de adsorción

Se realizaron experimentos de equilibrio y se obtuvo las isotermas de adsorción representadas por la concentración (mg/L) en equilibrio de iones Fe (III) en función a la capacidad de adsorción de la sílice biogénica (mg/g) (Fig. 9).



Fig. 9. Isoterma de adsorción de iones Fe (III) en sílice biogénica con diferentes tamaños de partícula. Adsorption isotherm of Fe (III) ions on biogenic silica with different particle sizes (Franco, 2022).

Los resultados obtenidos (Fig. 9) muestran que la sílice biogénica sin moler tuvo una capacidad de adsorción máxima de 42,9 mg/g, mientras que la sílice biogénica, con un tamaño promedio de partícula de 15 nm fue, de 87,8 mg/g. Por último, el mejor resultado lo obtuvo la sílice biogénica con el menor tamaño de partícula (5 nm) con una capacidad máxima de adsorción de 133,9 mg/g. Estos resultados se pueden explicar debido a que menor tamaño de partícula la sílice biogénica contiene mayor área específica, y por lo tanto dispone de más sitios activos para la adsorción. Se puede observar además que a bajas concentraciones la capacidad de adsorción entre los diferentes tamaños de partículas no tiene variación significativa.

Los datos de sorción se sometieron a tres modelos de isotermas de adsorción, a saber, de Freundlich, de Langmiur y de Temkin. Las Fig. 10, 11 y 12 son la representación de tales isotermas, con los datos experimentales de la adsorción de iones Fe (III) sobre la sílice biogénica en sus diferentes tamaños de partícula.



Fig. 10. Isoterma de Freundlich para la adsorción de iones Fe (III) en sílice biogénica con diferentes tamaños de partícula. Sílice sin moler (a), sílice 15 nm (b), sílice 5 nm (c). Freundlich isotherm for the adsorption of Fe (III) ions on biogenic silica with different particle sizes. Unground silica (a), 15 nm silica (b), 5 nm silica (c) (Franco, 2022).



Fig. 11. Isoterma de Langmuir para la adsorción de iones Fe (III) en sílice biogénica con diferentes tamaños de partícula. Sílice sin moler (a), sílice 15 nm (b), sílice 5 nm (c). Langmuir isotherm for the adsorption of Fe (III) ions on biogenic silica with different particle sizes. Unground silica (a), 15 nm silica (b), 5 nm silica (c) (Franco, 2022).



Fig. 12. Isoterma de Temkin para la adsorción de iones Fe (III) en sílice biogénica con diferentes tamaños de partícula. Sílice sin moler (a), sílice 15 nm (b), sílice 5 nm (c). Temkin isotherm for the adsorption of Fe (III) ions on biogenic silica with different particle sizes. Unground silica (a), 15 nm silica (b), 5 nm silica (c) (Franco, 2022).

Con los resultados experimentales de equilibrio se determinaron los parámetros de los modelos de Freundlich, Langmuir y Temkin, expresados en la Tabla 2, donde se muestran los parámetros correspondientes a cada modelo de isoterma estudiado.

Se realizó la linealización de los tres modelos de isotermas descritos anteriormente (Fig. 13). Al comparan los valores de R^2 (Tabla 2) se puede ver que el modelo de Langmuir resultó, en todos los casos, con un mejor ajuste que el modelo de Freundlich y Temkin.



Fig. 13. Isotermas linealizadas de Freundlich (a), Langmuir (b) y Temkin (c) para la adsorción de iones Fe (III) en sílice biogénica con diferentes tamaños de partícula. Linearized Freundlich (a), Langmuir (b), and Temkin (c) isotherms for the adsorption of Fe (III) ions on biogenic silica with different particle sizes (Franco, 2022).

Se calculó la capacidad de adsorción máxima de la monocapa de Langmuir, $q_{m,L}$, dando un valor de 34,3 mg/g para la sílice sin moler, 94,3 mg/g para la sílice de 15 nm y de 132,8 mg/g para la sílice 5 nm. En todos los casos el factor de separación R_L tuvo un valor, mayor a 0 y menor a 1, favoreciendo la adsorción de iones Fe (III) en la sílice biogénica (Tabla 2), demostrando alta afinidad entre adsorbato-adsorbente. El resultado de mejor ajuste del modelo de Langmuir a los datos de equilibrio de adsorción de Fe (III) indica que ocurre un proceso de adsorción física (Medina y col., 2015).

Respecto a los resultados del modelo de Freundlich, la intensidad de la adsorción se puede considerar favorable para los tres tamaños de partícula estudiados, siendo los valores de $1/n_F$ mayor a 0 y menor a 1, en este sentido, valores de n_F mayores a 1, la adsorción se considera favorable (Tabla 2) (Lavado y col., 2020).

La constante de equilibrio (A_T) y la constante relacionada con el calor de adsorción (B) del modelo de Temkin (Tabla 2), son mayores en la sílice biogénica de 5 nm, lo que sugiere que tiene mejores propiedades como adsorbente (Broche y col., 2022).

Tabla 2. Parámetros de los modelos de isotermas Langmuir, Freundlich y Temkin para la adsorción de iones Fe (III) en sílice biogénica con diferentes tamaños de partícula. Parameters of the Langmuir, Freundlich and Temkin isotherm models for the adsorption of Fe (III) ions on biogenic silica with different particle sizes.

Modelo de Isoterma de Freundlich						
Muestras SiO ₂	k _F (mg/g)	1/n _F	n _F	R ²		
Sin moler	7,27	0,272	3,676	0,5455		
15 nm	12,74	0,272	3,676	0,7086		
5 nm	30,55	0,210	4,762	0,5722		
Modelo de Isoterma de Langmuir						
Muestras SiO ₂	k _L (L/mg)	q _{m., L} (mg/g)	RL	R ²		
Sin moler	0,007	34,3	0,806	0,9101		
15 nm	0,007	94,3	0,602	0,9239		
5 nm	0,018	132,8	0,295	0,9767		
Modelo de Isoterma de Temkin						
Muestras SiO2	A _T (L/mg)	B (J/mol)	bт	R ²		
Sin moler	0,073	6,86	361,16	0,5386		
15 nm	0,073	19,25	128,72	0,7586		
5 nm	0,299	23,55	105,20	0,6519		

4.6. Rendimiento de desorción y regeneración

Las NP de sílice biogénicas de 5 nm, utilizadas en el proceso de adsorción con iones Fe (III), se estudiaron en ensayos de desorción, en primera instancia con agua, dando como resultado una tasa promedio de 2,8% de desorción de los iones metálicos. En este sentido, se realizaron estudios de desorción con HCl, a una concentración de 1 N, para probar la recuperabilidad y reutilización de las NP de sílice biogénica. El proceso de desorción permite la recuperación del metal adsorbido y la regeneración del biosorbente. La desorción indica que el mecanismo de sorción se estaría llevando a cabo por intercambio iónico con los grupos funcionales presentes en la superficie del adsorbente (Oré y col., 2015). La reutilización del adsorbente es uno de los factores cruciales para evaluar sus posibles aplicaciones comerciales (Qu y col., 2018).

Las NP de sílice biogénica, luego del proceso de regeneración con ácido, fueron sometidas a un nuevo proceso de adsorción con iones Fe (III), en una concentración inicial de 2.500 ppm y un tiempo de 30 min. Los resultados demostraron una eficiencia promedio del 50,4% para la remoción del Fe (III) en medio acuoso, demostrando la viabilidad de reutilizar las NP de sílice biogénica luego de un proceso de adsorción a concentraciones altas de iones metálicos.

5. Conclusiones

El potencial de las NP sílice biogénica, obtenidas a partir de cascarillas de arroz, para la remoción de Fe (III) en solución acuosa se analizó en experimentos por lotes en función del tamaño de partícula, el tiempo de contacto y la concentración inicial de iones metálicos. La capacidad de adsorción de la sílice biogénica aumentó a medida que el tamaño de partícula disminuyó, obteniendo para la sílice biogénica con un tamaño promedio de partícula de 5 nm una capacidad máxima de adsorción de 133,9 mg/g en un tiempo de 30 min.

El proceso de adsorción se adaptó al modelo de isoterma de Langmuir, con resultados que sugieren que la adsorción de Fe (III) por parte de la sílice biogénica es un proceso de naturaleza física, endotérmico y espontáneo. Finalmente, se obtuvo una eficiencia de remoción de iones Fe (III), luego de la regeneración con ácido de las NP de sílice biogénica, del 50,4%.

Los resultados demuestran el potencial de las NP de sílice biogénicas sin modificación química, en tamaño nanométrico para el tratamiento de aguas residuales con altos contenido de contaminación por iones hierro. La sílice biogénica puede constituir una herramienta factible para la descontaminación del agua por metales pesados, siendo una opción reutilizable y económica, que no depende de tratamientos e insumos químicos adicionales, todo lo cual otorga evidentes ventajas económicas y de practicidad que pueden motivar su aplicación en soluciones tecnológicas y de ingeniería.

Referencias

- Bakalár, T., Kaňuchová, M., Girová, A., Pavolová, H., Hromada, R. & Hajduová, Z. (2020). Characterization of Fe(III) Adsorption onto Zeolite and Bentonite. International Journal of Environmental Research and Public Health, 17(16), 5718. https://doi.org/10.3390/ijerph17165718
- Bakar, R., Yahya, R., & Gan, S. (2016). Production of High Purity Amorphous Silica from Rice Husk. *Procedia Chemistry*, 19, 189–195. https://doi.org/10.1016/j.proche.2016.03.092
- Benites, R., Salazar, P., Gallo, J. & Sarría, R. (2021).
 Contaminación del agua por metales pesados, métodos de análisis y tecnologías de remoción. Una revisión. *Entre Ciencia e Ingeniería*, 14, 9–18. https://doi.org/https://doi.org/10.31908/19098367.000 1
- Broche, M., Rodríguez, I., Pérez, M. & Prieto, J. (2022). Equilibrio y modelos cinéticos en la adsorción de azul de metileno sobre residuos agroindustriales Equilibrium and kinetic models in the adsorption of methylene blue on agro-industrial wastes. *Tecnología Química*, 42(3), 420–434. http://scielo.sld.cu/scielo.php?pid=S2224-61852022000300420 & script=sci_arttaxt & thg=on

61852022000300420&script=sci_arttext&tlng=en

- Castillo, J., Arcuri, M., Vargas, V. & Piscitelli, V. (2022). Synthesis of nanocomposites SiO2@Co3O4, SiO2@ZnO, and SiO2@CuO from rice husks: spectroscopy and optical properties. *Applied Physics A*, *128*(2), 107. https://doi.org/10.1007/s00339-021-05247-5
- Castillo, J., Vargas, V., Gonzalez, G., Ruiz, W. & Bouyssiere, B. (2022). Evidence of selective asphaltene subfraction adsorption on SiO 2 nanoparticles studied by UV-vis absorbance and fluorescence spectroscopy. Journal of Dispersion Science and Technology, 43(6), 873-879. https://doi.org/10.1080/01932691.2020.1845956
- Corral, M., Lostado, R., Somovilla, F. & Escribano, R. (2021). Effective use of activated carbon from olive stone waste in the biosorption removal of Fe(III) ions from aqueous solutions. *Journal of Cleaner Production*, 294, 126332. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.126332
- Deng, R., Hu, Y., Ku, J., Zuo, W. & Yang, Z. (2017). Adsorption of Fe(III) on smithsonite surfaces and implications for flotation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 533(July), 308–315.

https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2017.09.004

Dim, P., Mustapha, L., Termtanun, M. & Okafor, J. (2021). Adsorption of chromium (VI) and iron (III) ions onto acid-modified kaolinite: Isotherm, kinetics and thermodynamics studies. *Arabian Journal of Chemistry*, 14(4), 103064.

21

https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2021.103064

- Elsherif, K. M., El-Hashani, A. & Haider, I. (2018). Biosorption of Fe (III) onto coffee and tea powder: Equilibrium and kinetic study. *Asian Journal of Green Chemistry*, 2(4), 380–394. https://doi.org/10.22034/ajgc.2018.65163
- Falke, S. & Betzel, C. (2019). Dynamic Light Scattering (DLS). In *Principles, perspectives, applications to biological samples* (pp. 173–193). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-030-28247-9_6
- Figueiredo, F., Souza, L., Silva, J., Sartaraz, Q., Rodrigues, L., Ferreira, A., Brondani, L. & Dal, G. (2020). Chemical and physical characterization of rice husk biochar and ashes and their iron adsorption capacity. *SN Applied Sciences*, 2(7), 1286. https://doi.org/10.1007/s42452-020-3088-2
- Gusain, D. & Bux, F. (2021). Batch Adsorption Process of Metals and Anions for Remediation of Contaminated Water. In D. Gusain & F. Bux (Eds.), *CRC Press* (First edit). Taylor & Francis. https://lccn.loc.gov/2020047300
- Hossain, N., Nizamuddin, S. & Shah, K. (2022). Thermalchemical modified rice husk-based porous adsorbents for Cu (II), Pb (II), Zn (II), Mn (II) and Fe (III) adsorption. *Journal of Water Process Engineering*, 46, 102620. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2022.102620
- Jadhav, S., Garud, H., Patil, A., Patil, G., Patil, C., Dongale, T., & Patil, P. (2019). Recent advancements in silica nanoparticles based technologies for removal of dyes from water. *Colloid and Interface Science Communications*, 30, 100181. https://doi.org/10.1016/j.colcom.2019.100181
- Khalfa, L., Cervera, M. L., Souissi, S., & Bagane, M. (2021). Removal of Fe(III) from synthetic wastewater into raw and modified clay: Experiments and models fitting. *Separation Science and Technology*, 56(4), 708–718. https://doi.org/10.1080/01496395.2017.1323923
- Kocaoba, S. (2020). Adsorption of Fe(II) and Fe(III) from aqueous solution by using sepiolite: speciation studies with MINEQL+ computer program. *Separation Science and Technology (Philadelphia)*, 55(5), 896– 906. https://doi.org/10.1080/01496395.2019.1579841
- Lavado, C., Sun, M., Castro, T., & Bonilla, H. (2020). Química Aplicada y Analítica Biosorción de plomo (II) en de los cladodios de la tuna Biosorption of lead (II) in aqueous solution with biomass of prickly pear Resumen Resumo Introducción Materiales y métodos Preparación del biosorbente y de las disolu. *Revista Colombiana de Química*, 49(3), 36–46.
- Li, H., Niu, Y., Xue, Z., Mu, Q., Wang, K., Qu, R., Chen, H., Bai, L., Yang, H., & Wei, D. (2019). Adsorption property and mechanism of PAMAM dendrimer/silica gel hybrids for Fe(III) and Ag(I) from N,N-dimethylformamide. *Journal of Molecular Liquids*, 273(Iii), 305–313.

https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.10.039

- Maliki, S., Rosnelly, C., Adisalamun, A., Husin, H. & Bilqis, N. (2019). Removal of Fe (II) in groundwater using rice husk-sourced biosorbent in continuous column adsorption. *Journal of Physics: Conference Series*, 1402(5), 055007. https://doi.org/10.1088/1742-6596/1402/5/055007
- Marques, J., Lütke, S., Frantz, T., Espinelli, J., Carapelli, R., Pinto, L. & Cadaval, T. (2018). Removal of Al (III) and Fe (III) from binary system and industrial effluent using chitosan films. *International Journal of Biological Macromolecules*, 120(Iii), 1667–1673. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.09.135
- Medina, M., Manals, E., Vendrell, F., & Salas, D. (2015). Adsorción de níquel y cobalto sobre carbón activado de cascarón de coco. *Tecnología Química*, *35*(1), 110– 124.

http://web.b.ebscohost.com/ehost/pdfviewer/pdfviewe r?sid=7890f632-4cf4-4d1b-8e06-

f0342df709a7@sessionmgr111&vid=7&hid=123

- Mopoung, S., Moonsri, P., Palas, W. & Khumpai, S. (2015). Characterization and Properties of Activated Carbon Prepared from Tamarind Seeds by KOH Activation for Fe(III) Adsorption from Aqueous Solution. *The Scientific World Journal*, 2015, 1–9. https://doi.org/10.1155/2015/415961
- Mozaffari, M., Kordzadeh, V., Ghalandari, V., Askari, A. & Sillanpää, M. (2022). Adsorption isotherm models: A comprehensive and systematic review (2010–2020). *Science of The Total Environment*, *812*, 151334. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.151334
- Nata, I., Mirwan, A., Wicakso, D., Irawan, C., Isnaini, M. & Fitriani, R. (2020). Adsorption of Fe 3+ ion from Aqueous Solution onto Rice Husk Biocomposite Magnetic Nanoparticle. *IOP Conference Series: Earth* and Environmental Science, 506(1), 012006. https://doi.org/10.1088/1755-1315/506/1/012006
- Nguyen, T., Ma, H., Avti, P., Bashir, M., Ng, C., Wong, L., Jun, H., Ngo, Q. & Tran, N. (2019). Adsorptive Removal of Iron Using SiO2 Nanoparticles Extracted from Rice Husk Ash. *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, 2019, 1–8. https://doi.org/10.1155/2019/6210240
- Olalekan, A., Dada, A. & Olatunya, A. (2012). Langmuir, Freundlich, Temkin and Dubinin–Radushkevich Isotherms Studies of Equilibrium Sorption of Zn 2+ Unto Phosphoric Acid Modified Rice Husk. *IOSR Journal of Applied Chemistry*, 3(1), 38–45. https://doi.org/10.9790/5736-0313845
- Oré, F., Lavado, C. & Bendezú, S. (2015). BIOSORCIÓN DE Pb (II) DE AGUAS RESIDUALES DE MINA USANDO EL MARLO DE MAÍZ (Zea mays). *Revista de La Sociedad Química Del Perú*, 81(2), 122–134. https://doi.org/10.37761/rsqp.v81i2.20
- Piña, N. & Gutiérrez, A. (2012). Materiales porosos basados en sílice para la extracción de iones metálicos: Estudio

de la remoción de cobre (II) de efluentes acuosos provenientes de la. *Academicos*, *II*, 276–281. http://www.academicos.ugto.mx/memoria/PDF/s203-18.PDF

- Qu, R., Sun, C., Ma, F., Zhang, Y., Ji, C. & Yin, P. (2018). Removal of Fe(III) from ethanol solution by silica-gel supported dendrimer-like polyamidoamine polymers. *Fuel*, 219(October 2017), 205–213. https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.01.131
- Samadani, N., Farhadravesh, Z. & Dehno Khalaji, A. (2018). Optimization of adsorption parameters for Fe (III) ions removal from aqueous solutions by transition metal oxide nanocomposite. *Green Chemistry Letters and Reviews*, *11*(4), 404–413. https://doi.org/10.1080/17518253.2018.1526329
- Shahat, A., Elamin, N. & Abd, W. (2022). Spectrophotometric and Fluorometric Methods for the Determination of Fe(III) Ions in Water and Pharmaceutical Samples. ACS Omega, 7(1), 1288– 1298. https://doi.org/10.1021/acsomega.1c05899
- Soltani, N., Bahrami, A., Pech, M. & González, L. (2015). Review on the physicochemical treatments of rice husk for production of advanced materials. *Chemical Engineering Journal*, 264, 899–935. https://doi.org/10.1016/j.cej.2014.11.056
- Susanti, R., Eti, R. & Tetty, K. (2019). Potential of rice husk silica as a source of L-lysine modified silica for adsorption of Fe(III) ion. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 230(1), 012090. https://doi.org/10.1088/1755-1315/230/1/012090
- Tosi, M., Ramos, A., Esposto, B. & Jafari, S. (2020). Dynamic light scattering (DLS) of nanoencapsulated food ingredients. In *Characterization of Nanoencapsulated Food Ingredients* (pp. 191–211). Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815667-4.00006-7
- Tubert, I. & Talanquer, V. (1997). Sobre adsorción. *Educación Química*, 8(4), 186. https://doi.org/10.22201/fq.18708404e.1997.4.66595
- Zhang, Y., Zhao, J., Jiang, Z., Shan, D. & Lu, Y. (2014). Biosorption of Fe(II) and Mn(II) Ions from Aqueous Solution by Rice Husk Ash. *BioMed Research International*, 2014, 1–10. https://doi.org/10.1155/2014/973095
- Zhu, Y., Niu, Y., Li, H., Ren, B., Qu, R., Chen, H., & Zhang, Y. (2018). Removal of Cd(II) and Fe(III) from DMSO by silica gel supported PAMAM dendrimers: Equilibrium, thermodynamics, kinetics and mechanism. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 162, 253–260. https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2018.06.094

Recibido: 06 de febrero de 2023

Aceptado: 01 de junio de 2023

Franco, Yhosmary. *Licenciada en Química (UC). Doctoranda en Química Tecnológica, Facultad Experimental de Ciencias y Tecnología, Universidad de Carabobo. Correo electrónico: <u>yhosmaryfranco@gmail.com</u> @https://orcid.org/0000-0003-1617-6791*

Castillo, Jimmy. Doctor en Química (UCV). Profesor Titular, Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela. Correo electrónico: <u>jimmy.casti-</u> <u>llo@ciens.ucv.ve</u> @<u>https://orcid.org/0000-0002-6038-1074</u>

Pereira, Juan. Doctor en Ciencias Aplicadas (ULA). Director del Laboratorio de Petróleo, Hidrocarburos y Derivados (PHD). Profesor Titular, Departamento de Química, Facultad Experimental de Ciencias y Tecnología, Universidad de Carabobo. Consultor Industrial en Fenómenos Interfaciales. a https://orcid.org./0000-0003-4600-726X