

Desarrollo de Compuestos Tridimensionales de Carbono/N-TiO₂ a Partir de Desechos Agroindustriales para su Aplicación en el Proceso de Remoción de Colorantes Mediante un Mecanismo Híbrido de Adsorción-Fotocatálisis

Edith Johanna Díaz Cañas

Trabajo de Grado para Optar el Título de Doctora en Ingeniería de Materiales

Directora

Elcy María Córdoba Tuta

Doctora en Ciencia y Tecnología de Materiales

Codirector

Próspero Acevedo Peña

Doctor en Ciencias (Química)

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales

Doctorado en Ingeniería de Materiales

Bucaramanga

2026

POR Y PARA TU GLORIA

Agradecimientos

A la Universidad Industrial de Santander (UIS), por el apoyo recibido a través del crédito condonable y la financiación otorgada mediante el proyecto interno n°. 3730: Aprovechamiento de residuos agroindustriales para el desarrollo de materiales 3D de carbono/N-TiO₂ para la purificación de efluentes de la industria textil mediante un mecanismo híbrido de adsorción-fotocatálisis.

A la Doctora Elcy María Córdoba Tuta, por haberme abierto la posibilidad de realizar este doctorado, por todo su apoyo, enseñanzas y acompañamiento durante este recorrido.

Al Doctor Próspero Acevedo Peña, por su codirección, sus enseñanzas y el apoyo brindado en mis escritos y experimentaciones.

Al Doctor Pablo Arturo Pastén, por haberme recibido como pasante en su grupo de investigación, por la confianza brindada y por todo el respaldo que me otorgó durante mi estadía en la Pontificia Universidad Católica de Chile.

A mis compañeros de la Universidad Industrial de Santander (UIS): Mayerly, Yessenia, Cindy y Carlos Galán.

A Yaddy, Patricia, Mario y Javier, quienes son parte fundamental de la escuela y fueron mi puente para lograr todos los objetivos en este Doctorado.

A mi familia y Camilo Jara quienes son mi fortaleza y soporte.

Pero sobre todo a Dios.

Tabla de Contenido

	Pág.
Introducción.....	23
1. Fundamentación Teórica y Antecedentes Generales	34
1.1 Aguas Residuales en la Industria Textil.....	34
1.2 Adsorción de Colorantes	36
1.3 Fotocatálisis Heterogénea: Dióxido de Titanio (TiO ₂) en Procesos de Descontaminación de Aguas	42
2. Preparación y Análisis de Espumas de CVR y CVR/N-TiO ₂ obtenidas a Partir de Esponjas de Poliuretano y Azúcar de Mesa.....	47
2.1 Resumen	47
2.2 Introducción	47
2.3 Metodología	51
2.3.1 Síntesis de CVR	51
2.3.2 Obtención de CVR/N-TiO ₂	51
2.3.3 Análisis de las espumas CVR y CVR/N-TiO ₂ a Través de Microscopía SEM-EDS y BET ..	52
2.3.4 Análisis de Composición Molecular, Estructura amorfa y Composición Elemental.....	53
2.3.5 Análisis Electroquímicos, Mediciones de Potencial Zeta y pH	54
2.3.6 Medición de Ángulo de Contacto y Análisis de Adsorción de NM.....	55

2.3.7 Isotermas y cinética de Adsorción	56
2.3.8 Análisis Fotocatalíticos.....	58
2.3.9 Ciclos de Reúso	60
2.4 Resultados y Discusión.....	60
2.4.1 Caracterización morfológica (SEM-EDS)	60
2.4.2 Análisis BET	62
2.4.3 Caracterización de composición molecular (FTIR).....	63
2.4.4 Análisis de Espectroscopía Raman	65
2.4.5 Composición de los CVR y CVR/N-TiO ₂ (DRX)	67
2.4.6 Composición Elemental de los CVR y CVR/N-TiO ₂ (Espectroscopía XPS)	68
2.5 Resultados Análisis Electroquímicos.....	71
2.6 Adsorción de NM mediante espumas de CVR y CVR/N-TiO ₂	76
2.6.1 Isotermas de adsorción	79
2.6.2 Cinética de adsorción	83
2.7 Proceso de Degradación de NM por Fotocatálisis.....	84
2.7.1 Fotocatálisis Mediante Espumas CVR/N-TiO ₂	84
2.7.2 Producción de Radicales Hidroxilos.....	85
2.8 Análisis de reúso de CVR/N-TiO ₂	87
2.9 Remoción de NM en Aguas de Uso Cotidiano	90
Conclusiones Parciales	91

3. Espumas de CVR y CVR/N-TiO ₂ a Partir de Pseudotallo de Banano y Melaza: Obtención, caracterización y capacidad descontaminante en aguas residuales.....	93
3.1 Resumen	93
3.2 Introducción	93
3.3 Metodología	98
3.3.1 Diseño Experimental	98
3.3.2 Obtención de Plantilla de Sacrificio a partir de Pseudotallo de Banano	99
3.3.3 Obtención de Resina de Sacarosa a partir de Melaza	99
3.3.4 Síntesis de los CVR	101
3.3.5 Obtención del CVR/N-TiO ₂	102
3.3.6 Análisis de Morfología por FESEM-EDS y Microscopía Óptica Confocal	103
3.3.7 Análisis de Composición y Estructura.....	103
3.3.8 Análisis Electroquímicos	104
3.3.9 Análisis de Adsorción y Fotocatálisis	105
3.4 Resultados y Discusión.....	107
3.4.1 Plantillas de Sacrificio a Partir del Pseudotallo de banano	107
3.4.2 Resina de Sacarosa a partir de Melaza Panelera	109
3.4.2.1 Resultados FTIR de la Melaza a Diferentes Tiempos de Conservación	110
3.4.2.2 Análisis de concentración de Sacarosa en Resina de Melaza	112
3.4.2.3 Determinación de Factores y Construcción de la matriz BBD para el RSM	117

3.4.2.4 Análisis de Viscosidad Dinámica y Cinemática en Resinas de Sacarosa a Partir de Melaza	123
3.4.3 Obtención del CVR	124
3.4.4 Caracterización Fisicoquímica de las Espumas CVR y CVR/N-TiO ₂	132
3.4.4.1 Micrografías ópticas	132
3.4.4.2 Micrografías FESEM	133
3.4.4.3 Análisis EDS	137
3.4.4.4 Análisis BET	142
3.4.4.5 Análisis DRX	144
3.4.4.6 Análisis Raman	147
3.4.4.7 Análisis XPS	149
3.5 Análisis Electroquímicos	157
3.5.1 Análisis ECSA Mediante Voltamperometría Cíclica	157
3.5.2 Análisis Fotoelectroquímico	159
3.5.3 Potencial Zeta.....	161
3.5.4 Análisis de pH por Titulación Potenciostática	164
3.6 Procesos de Adsorción.....	172
3.6.1 Análisis de pH en soluciones de NM.....	172
3.6.2 Análisis de Adsorción de NM	173
3.6.3 Análisis de Ángulo de Contacto.....	180

3.6.4 Isotermas de Adsorción	187
3.6.5 Cinética de Adsorción.....	193
3.7 Degradación de Naranja de Metilo mediante Fotocatálisis	195
3.7.1. Fotocatálisis con Espumas de CVR/N-TiO ₂ a Partir de Pseudotallo de Banano y Melaza .	195
3.7.2 Análisis de Producción de Radicales Hidroxilos	198
3.7.3 Análisis de Mecanismos en el Proceso de Adsorción-fotocatálisis	200
3.8 Análisis del Reúso de los CVR y CVR/N-TiO ₂	203
3.8.1 Análisis de Remoción de Azul de Metileno y Rodamina.....	205
3.9 Análisis de Remoción de Contaminantes en Aguas Residuales de la Industria Textil	211
3.9.1 Análisis de Sulfatos, Cloruros y Carbono Orgánico Total	217
Conclusiones Parciales	220
Conclusiones Generales.....	222
Referencias	225

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1 Muestras de CVR con diferentes tamaños de poro por pulgada (ppi, por sus siglas en inglés).....	25
Figura 2 Esquema de proceso fotocatalítico de TiO_2 . A la izquierda TiO_2 sin dopaje; a la derecha N- TiO_2	27
Figura 3 Análisis bibliométrico del uso de biocarbones como soporte de TiO_2 para la degradación de colorantes.....	29
Figura 4 Esquema del proceso de tinturación textil.....	35
Figura 5 Métodos utilizados para la síntesis de N- TiO_2	44
Figura 6 Representación de modelo de Lorentz utilizado en la deconvolución de los espectros Raman.	54
Figura 7 Micrografías SEM-EDS realizadas a las espumas CVR y CVR/N- TiO_2 obtenidas a partir de poliuretano y azúcar refinada.	61
Figura 8 Isotermas obtenidas a través de modelo BET realizadas en espumas (a) CVR y (b) CVR/N- TiO_2	63
Figura 9 Análisis FTIR realizados a las espumas CVR y CVR/N- TiO_2	65
Figura 10 Análisis Raman obtenidos de las espumas (a) CVR y (b) CVR/N- TiO_2	66
Figura 11 Análisis DRX obtenidos de las espumas CVR (parte inferior) y CVR/N- TiO_2 (parte superior).....	67

Figura 12 Resultados XPS obtenidos de las espumas CVR y CVR/N-TiO ₂	68
Figura 13 Espectros XPS de alta resolución del CVR/N-TiO ₂ . (a) C1s y (b) O1s.	69
Figura 14 Espectros XPS de alta resolución del CVR/N-TiO ₂ . (a) Ti2p y (b) N1s.	70
Figura 15 Esquema de capacitancia de doble capa como propiedad intrínseca de la interacción entre la superficie del electrodo y el electrolito.	72
Figura 16 Mediciones de VC para la obtención del ECSA en las espumas de (a) CVR y (b) CVR/N-TiO ₂	73
Figura 17 Análisis OCP con intermitencia de oscuridad e irradiación de luz de (a) CVR/N-TiO ₂ en presencia de NaNO ₃ , (b) CVR en presencia de NaNO ₃ (parte superior) y CVR/N-TiO ₂ en presencia de NaNO ₃ (0.1M) + NM (10 mg/L) a pH 2.4 (parte inferior).	74
Figura 18 Análisis de punto isoeléctrico mediante potencial zeta y seguimiento de pH. (a) potencial Zeta; (b) seguimiento de pH bajo oscuridad e irradiación de luz visible.	76
Figura 19 Espectros de absorbancia y curvas de cinética de adsorción. (a) CVR/N-TiO ₂ y (b) CVR.	77
Figura 20 Ángulo de contacto. (a) CVR en presencia de agua, (b) CVR en presencia de NM, (c) CVR/N-TiO ₂ en presencia de agua (d) CVR/N-TiO ₂ en presencia de NM.	79
Figura 21 Isotermas de adsorción de NM sobre CVR/N-TiO ₂ . (a) experimental, (b) modelo de Langmuir, (c) modelo de Freundlich, (d) modelo de Temkin, (e) modelo de Dubinin-Radushkevich (DR).	82
Figura 22 Cinéticas de adsorción de pseudo-primer y pseudo-segundo orden obtenidas de los CVR/N-TiO ₂ . (a) pseudo primer-orden y (b) pseudo-segundo orden.....	83

Figura 23 Adsorción de NM mediante CVR/N-TiO ₂ . (a) Espectros UV-Vis y (b) curva de cinética de adsorción y degradación de NM.	85
Figura 24 Resultados de monitorización de •OH (a) Producción de •OH y (b) Curva cinética de adsorción de NM con y sin la presencia de AIP.	87
Figura 25 Ciclos reutilización en oscuridad de las espumas CVR/N-TiO ₂ . (a) adsorción de NM y (b) desorción de NM.	88
Figura 26 Ciclos de reutilización bajo irradiación de luz de las espumas CVR/N-TiO ₂ . (a) degradación de NM y (b) desorción de NM.	89
Figura 27 Remoción del colorante NM en aguas de uso cotidiano tratadas con CVR/N-TiO ₂ . (a) Espectro de absorbancia y (b) curva de cinética de adsorción.	91
Figura 28 Análisis bibliométrico de relacionamiento de investigaciones enfocadas al medio ambiente y los Objetivos de Desarrollo sostenible ODS.	94
Figura 29 Análisis bibliométrico de investigaciones enfocadas al uso de residuos agroindustriales.	95
Figura 30 Pseudotallo de banano donado por agricultores de Santander-Colombia.	97
Figura 31 Análisis de secado de las plantillas de pseudotallo de banano.	108
Figura 32 Fotografías de plantillas de pseudotallo de banano obtenidas con y sin corteza (pared vegetal), secadas al sol.	108
Figura 33 Análisis FTIR realizados a muestras de melaza fermentada, melaza fresca y resina de sacarosa a partir de azúcar de mesa.	111

Figura 34 *Análisis FTIR realizados en muestras de resina de sacarosa a partir de melaza.*

Concentraciones de 0.2, 0.4 y 0.8 g/mL, por intervalos de 12, 24 y 48 h, sostenidas a 70°C..... 117

Figura 35 *Análisis de Método de superficie de Respuesta (RSM). (a) análisis lineal de los datos actuales (experimentales) vs. los predichos por el RSM; (b) representación en 3D de la superficie de respuesta.* 122

Figura 36 *Fotografías de plantilla de sacrificio (pseudotallo de banano) impregnadas con resina de melaza sometida a tratamiento térmico de curado (Izquierda); CVR obtenido después de los tratamientos térmicos de curado y carbonización (derecha).* 125

Figura 37 *Análisis TG realizados a las plantillas de pseudotallo sin resina (SR), impregnada con resina a partir de azúcar (RA) e impregnada con resina a partir de melaza (RM).* 127

Figura 38 *Análisis DSC realizados a las plantillas de pseudotallo sin resina (SR), impregnada con resina a partir de azúcar (RA) e impregnada con resina a partir de melaza (RM).* 129

Figura 39 *Análisis FTIR realizados a plantillas de pseudotallo de banano impregnadas con resina de sacarosa a partir de melaza, a tratamientos térmicos controlados de 200°C, 400°C y 1000°C.* 131

Figura 40 *Micrografías ópticas de muestras de y CVR/N-TiO₂, en diferentes etapas de síntesis. (a) sin tratamiento; (b) curado; (c) recubierto, carbonizado y sinterizado; (d) CVR, micrografía 80 x; (e) CVR/N-TiO₂ cara anterior, micrografía 40 x; (f) CVR/N-TiO₂ cara posterior, micrografía 40 x.* 132

Figura 41 *Micrografías FESEM realizadas a los CVR obtenidos sin resina de melaza ni recubrimiento de N-TiO₂.* 134

Figura 42 *Micrografías FESEM realizadas a los CVR obtenidos a partir de plantillas de pseudotallo y resina de melaza (sin recubrimiento de N-TiO₂).* 136

Figura 43 Micrografías FESEM, a diferentes aumentos, de CVR/N-TiO ₂ obtenidos a partir de plantilla de pseudotallo de banano y resina de melaza.	137
Figura 44 Mapeo general y resultados EDS realizados a las espumas CVR. (a) sin resina de sacarosa a partir de melaza y (b) con resina de sacarosa a partir de melaza.	140
Figura 45 Mapeo general (parte superior) y espectros EDS (parte inferior) realizados a las espumas CVR/N-TiO ₂	141
Figura 46 Isotermas obtenidos mediante el modelo BET, realizados en espumas CVR (a y b) y CVR/N-TiO ₂ (c y d) sintetizadas a partir de plantillas de pseudotallo de banano y resina de melaza.	143
Figura 47 Análisis DRX realizados a las espumas de (a) CVR y (b) CVR/N-TiO ₂	145
Figura 48 Representación gráfica de la reacción de oxalato de Calcio a CaCO ₃ en el proceso de pirolisis de las espumas de CVR.	147
Figura 49 Análisis Raman realizado a los (a) CVR y (b) CVR/N-TiO ₂	148
Figura 50 Espectros XPS generales de las espumas de CVR y CVR/N-TiO ₂ obtenidas a partir de pseudotallo y melaza.	150
Figura 51 Espectros XPS de alta resolución de (a) C1s y (b) O1s, obtenidos para el CVR y CVR/N-TiO ₂	153
Figura 52 Espectros XPS de alta resolución de (a) Ti2p y (b) N1s, obtenidos para el CVR y CVR/N-TiO ₂	155
Figura 53 Mediciones de VC para la obtención del ECSA en las espumas de (a) CVR y (b) CVR/N-TiO ₂	157

Figura 54 Obtención gráfica de Cdl en los CVR (izquierda) y CVR/N-TiO ₂ (derecha).	158
Figura 55 Análisis OCP con intermitencia de oscuridad e irradiación de luz de (a) CVR/N-TiO ₂ en presencia de NaNO ₃ , (b) CVR en presencia de NaNO ₃ y (c) CVR/N-TiO ₂ en presencia de NaNO ₃ (0.1M) + NM (10 mg/L) a pH 2.4.	160
Figura 56 Ilustración de movilidad electroforética en la medición del ζ	162
Figura 57 Resultados de medición de Potencial zeta en espumas de CVR y CVR/N-TiO ₂	164
Figura 58 Representación gráfica de puntos de equivalencia y pKa. Puntos de equivalencia (líneas rojas punteadas); pKa (puntos naranjas con borde azul).	166
Figura 59 Titulaciones realizadas a los (a) CVR y (b) CVR/N-TiO ₂ , para calcular el pI a través de los pKa ₁ y pKa ₂ , representados como puntos de equivalencia.	168
Figura 60 Resultados de medición de cambio de pH espontáneo en espumas de CVR desde 2.49 (a); 2.94 (b); 3.06 (c) y (d) CVR/N-TiO ₂ desde 2.47.	173
Figura 61 Espectro UV-Vis (parte superior) y cinética de adsorción de NM (parte inferior) a través del CVR obtenido mediante pseudotallo de banano y melaza.	175
Figura 62 Espectros UV-Vis de absorbancia de NM en continuo mediante espumas CVR a partir de pseudotallo y melaza.	177
Figura 63 Espectro UV-Vis de absorbancia (parte superior) y cinética de adsorción de NM (parte inferior) a través de CVR/N-TiO ₂ obtenido a partir de pseudotallo de banano y melaza.	179
Figura 64 Imágenes de ángulo de contacto obtenidas para el CVR en presencia de agua. Plano frontal (a); plano posterior (b) y plano longitudinal (c).	181

Figura 65 Fotografía de pseudotallo de banano cortado en piezas. Se puede apreciar una corteza gruesa (foto a la izquierda) y una delgada que recubre la zona reticular (foto a la derecha).	182
Figura 66 Análisis de ángulo de contacto de los CVR, en presencia de NM (5 mg/L a pH 2.4). Plano frontal (a); plano posterior (b) y plano longitudinal (c).	183
Figura 67 Representación gráfica de los cortes realizados al pseudotallo de banano para síntesis de CVR. Dirección longitudinal(a);dirección transversal (b).	184
Figura 68 Análisis de ángulo de contacto realizado en los planos frontal, posterior y longitudinal de las espumas CVR/N-TiO ₂ en presencia de agua desionizada y NM en solución acuosa.	186
Figura 69 Representación gráfica de la isoterma experimental de adsorción de NM a través de CVR.	188
Figura 70 Representación gráfica del modelo lineal de Langmuir (a) y Freundlich (b), realizadas con espumas de CVR obtenidas a partir de pseudotallo y melaza.	189
Figura 71 Representación gráfica de las isotermas de Temkin (a) y DR (b), realizadas con espumas CVR obtenidas a partir de pseudotallo y melaza.	190
Figura 72 Representación gráfica de los análisis de cinética de adsorción basados en los modelos de: (a) pseudo-primer y (b) pseudo-segundo orden del CVR.	194
Figura 73 Degradación fotocatalítica de NM mediante de CVR/N-TiO ₂ . (a) Espectro de absorbancia; (b) Curva de cinética de adsorción.	197
Figura 74 Formación de ATOH a partir de AT, promovida por la presencia de radicales hidroxilo en CVR, CVR/N-TiO ₂ y N-TiO ₂	199
Figura 75 Ciclos de adsorción y desorción de NM a través de CVR obtenido a partir de pseudotallo de banano y melaza.	204

Figura 76 Ciclos de degradación fotocatalítica y desorción de NM a través de CVR/N-TiO ₂	205
Figura 77 Representación gráfica de las moléculas de los colorantes Azul de metileno y Rodamina B.	206
Figura 78 Remoción de AM a través de CVR. A la izquierda espectro de absorbancia, a la derecha remoción a través del tiempo.....	208
Figura 79 Remoción de Rodamina B a través de CVR. A la izquierda espectro de absorbancia, a la derecha remoción a través del tiempo.....	209
Figura 80 Esquema de curva de tinturación de fibras fique.....	212
Figura 81 Cinética de remoción (parte superior) y espectro de absorbancia (parte inferior) de aguas residuales reales de la industria textil, tratadas con CVR (adsorción) y CVR/N-TiO ₂ (adsorción-fotocatálisis).	216

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1 Mecanismos de adsorción de los materiales de carbón más destacados en la literatura.	
Ventajas y desventajas en la remoción de colorantes.	40
Tabla 2 Comparación de estudios de remoción de colorantes en aguas mediante el uso de CVR modificado.	49
Tabla 3 Resultados BET realizados en espumas CVR y CVR/N-TiO ₂	63
Tabla 4 Parámetros obtenidos a partir de los modelos de isothermas de Langmuir, Freundlich, Temkin and DR.	81
Tabla 5 Parámetros obtenidos de los modelos de pseudo-primer orden y pseudo-segundo orden.	84
Tabla 6 Análisis de ° Brix realizados a muestras de resina de sacarosa obtenidas a través de tratamientos térmicos de 12, 24 y 48h a 70°C. Para las concentraciones (C) de melaza de 0.2, 0.4 y 0.8 g/mL.	115
Tabla 7 Factores y niveles establecidos para la construcción de la matriz BBD.	118
Tabla 8 Análisis de varianza (ANOVA) del modelo cuadrático de la superficie de respuesta (RSM) para la eficiencia en la impregnación de resina de sacarosa a partir de melaza.	119
Tabla 9 Análisis de viscosidad dinámica y cinemática realizada a resina de sacarosa obtenidas a partir de tratamientos térmicos a 70°C con sostenimiento de 40 h.	124

Tabla 10 Resultados de porcentaje atómico obtenidos mediante EDS. Mapeo de dos regiones seleccionadas para los CVR sin resina de sacarosa, CVR a partir de resina de sacarosa y CVR/N-TiO ₂ a partir de pseudotallo de banano, resina de sacarosa y sol-gel de N-TiO ₂	142
Tabla 11 Resultados BET realizados en espumas CVR y CVR/N-TiO ₂ sintetizadas a partir de plantillas de pseudotallo de banano y resina de melaza.	144
Tabla 12 Composición química de las espumas de CVR y CVR/N-TiO ₂ , obtenidas a partir de espectros de alta resolución XPS.	156
Tabla 13 Comparación de pI en materiales relacionados con la presente investigación.	168
Tabla 14 Comparación de la eficiencia y capacidad de adsorción de NM a través de las espumas de CVR y CVR/N-TiO ₂ desarrolladas en la presente investigación.....	178
Tabla 15 Cuadro comparativo de los Parámetros y R ² de las isothermas de Langmuir, Freundlich, Temkin y Dubinin-Radushkevich (DR), realizadas con espumas CVR obtenidas a partir de pseudotallo y melaza.....	191
Tabla 16 Cuadro comparativo de los parámetros y R ² de los modelos de cinética de adsorción: Pseudo- primer y pseudo-segundo orden.....	195
Tabla 17 Comparación de la eficiencia y capacidad de degradación de NM a través de las espumas blanco CVR/N-TiO ₂ y los CVR/N-TiO ₂ sintetizados a partir de Pseudotallo de banano y resina de melaza.	196
Tabla 18 Reacciones para un mecanismo indirecto de adsorción-fotocatálisis en la remoción de NM mediante espumas CVR/N-TiO ₂	201
Tabla 19 Comparación de eficiencias de adsorción en materiales relacionados con esta investigación.....	209

Tabla 20 Especies y compuestos químicos presentes en la tinturación de Figue.....	213
Tabla 21 Comparación de carbono orgánico total (COT) en soluciones de NM y aguas residuales reales, antes y después de ser tratadas con espumas de CVR y CVR/N-TiO ₂ mediante procesos de adsorción y fotocátalisis.	217
Tabla 22 Comparación de la presencia de turbidez, sulfatos y cloruros en aguas residuales reales, antes y después de ser tratadas con espumas de CVR y CVR/N-TiO ₂ mediante procesos de adsorción y fotocátalisis.	219

Lista de Apéndices

	Pág.
Apéndice A: Métodos de descontaminación de aguas residuales	244
Apéndice B: Comparación de Estudios de Remoción de Contaminantes de Aguas Mediante el Uso de Compuestos C/TiO ₂	246
Apéndice C: Método de Superficie de Respuesta (RSM) y Diseño Box-Behnken (BBD).....	248
Apéndice D: Análisis de Composición Mediante Mapeo FESEM-EDS. Realizados a las Espumas CVR y CVR/N-TiO ₂ Sintetizadas a Partir de Pseudotallo de banano y Melaza	252
Apéndice E: Representación Esquemática de la celda Fotocatalítica para los Análisis de Adsorción/Fotocatálisis/Desorción	254

Resumen

Título: Desarrollo de Compuestos Tridimensionales de Carbono/N-TiO₂ a Partir de Desechos Agroindustriales para su Aplicación en el Proceso de Remoción de Colorantes Mediante un Mecanismo Híbrido de Adsorción-Fotocatálisis*

Autor: Edith Johanna Díaz Cañas**

Palabras clave: CVR/N-TiO₂, Biocarbones, remoción de colorantes, tratamiento de aguas.

Descripción: En el marco del desarrollo sostenible propuesto por la Organización de Naciones Unidas (ONU) se han promovido investigaciones que abarcan dos áreas de impacto ambiental: El uso de residuos agroindustriales y el tratamiento de aguas residuales. Este trabajo abarcó ambos campos a través del desarrollo de nuevos materiales carbonosos 3D obtenidos mediante el método de plantilla de sacrificio, utilizando pseudotallo de banano y melaza de caña panelera. El resultado de la síntesis fue un material de Carbón Vítreo Reticulado (CVR) con extraordinarias propiedades para la remoción de colorantes en aguas sintéticas y reales. El CVR fue modificado con un recubrimiento de N-TiO₂, el cual le otorgó propiedades híbridas de adsorción-fotocatálisis para el tratamiento de aguas.

Las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ demostraron una capacidad de adsorción superior al 95% de los colorantes naranja de metilo (NM) y Rodamina (RD), el azul de metileno (AM) fue removido en un 70%, lo cual fue sorprendente teniendo en cuenta que son colorantes de tipo aniónico, zwitteriónico y catiónico, respectivamente. La degradación de colorantes fue ratificada mediante ensayos de reutilización de las espumas, demostrando una desorción del NM inferior al 1% tras ser irradiadas con luz visible, mientras que sin irradiación se lograron desorciones superiores al 98%. Las espumas también exhibieron la capacidad de remover contaminantes en aguas residuales reales de la industria textil, demostrando una disminución de carbono orgánico total (COT), sulfatos y cloruros presentes en el efluente industrial.

Por todo lo anterior, los CVR y CVR/N-TiO₂ desarrollados en este proyecto ofrecen dos opciones: la primera, es la recuperación del colorante (mediante desorción en etanol) y la segunda, la degradación del colorante (mediante irradiación de luz), Por otra parte, las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ son reutilizables (más de seis ciclos) y son de fácil recuperación gracias a su estructura 3D.

* Tesis de Doctorado.

** Facultad de ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales.
Directora: PhD Elcy María Córdoba Tuta, Codirector: PhD Próspero Acevedo Peña.

Abstract

Title: Development of Three-Dimensional Carbon/N-TiO₂ Composites from Agro-Industrial Waste for Use in Removing Dyes via a Hybrid Adsorption-Photocatalysis Mechanism^{*}.

Author: Edith Johanna Díaz Cañas^{**}

Key words: RVC/N-TiO₂, Biochar, Dye Removal, Water Treatment.

Description: In line with the United Nations' (UN) framework for sustainable development, research has been promoted that addresses two areas of environmental impact: the use of agro-industrial waste and wastewater treatment. This study addressed both topics by developing new 3D carbonaceous materials using the sacrificial template method with banana pseudostems and sugarcane molasses. The result of the synthesis was reticulated vitreous carbon (RVC), a material with exceptional properties for removing dyes from synthetic and real water. The RVC was further developed by modifying it with an N-TiO₂ coating, which gave it hybrid adsorption-photocatalysis properties for water treatment.

RVC and RVC/N-TiO₂ foams demonstrated an adsorption capacity greater than 95% for methyl orange (MO) and rhodamine (RD) dyes. Surprisingly, methylene blue (MB) was removed by 70%, even though these dyes are anionic, zwitterionic, and cationic, respectively. The degradation of dyes was confirmed through foam reuse tests. These tests demonstrated desorption of MO below 1% after visible light irradiation, whereas desorption rates exceeding 98% were achieved without irradiation. The foams also exhibited the ability to remove various contaminants from real textile industry wastewater, reducing the levels of total organic carbon (TOC), sulfates, and chlorides present in the industrial effluent.

Therefore, the RVC and RVC/N-TiO₂ foams developed in this project offer two options: the first is the recovery of the dye (by desorption in ethanol) and the second is the degradation of the dye (by light irradiation). Furthermore, the RVC and RVC/N-TiO₂ foams are reusable (more than six cycles) and are easy to recover thanks to their 3D structure.

^{*} Ph.D. Thesis

^{**} Faculty of Physicochemical Engineering. School of Metallurgical Engineering and Materials Science.
Supervisor: Ph.D. Elcy María Cordoba Tuta, International advisor: Ph.D. Próspero Acevedo Peña

Introducción

La agenda sobre el desarrollo sostenible 2030 de la Organización de Naciones Unidas (ONU), plantea 17 objetivos (ODS) dentro de los cuales los objetivos 6, 7, 12, 14 y 15 incluyen la recuperación y reúso del agua (basados en el derecho de la humanidad al acceso de agua limpia). Uno de los sectores que presenta mayores retos en la disposición final de los efluentes industriales, es el sector textil, siendo la segunda industria más contaminante del mundo y la principal fuente emisora de colorantes industriales, generando más del 15 % de las aguas residuales a nivel mundial (Althuri et al., 2020; Bazargan et al., 2025). La presencia de colorantes en afluentes conlleva a disminuir los niveles de oxígeno en el agua, impactando la fauna acuática y los procesos metabólicos de la flora. Adicionalmente, los colorantes pueden llevar a enfermedades humanas como irritación en vías respiratorias, efectos neurotóxicos, carcinógenos y reproductivos (Mayilswamy et al., 2025; Santos et al., 2020).

Teniendo en cuenta el alcance de la huella hídrica del sector textil, se han planteado diversos procesos para el tratamientos de aguas de esta industria, dentro de los cuales predominan la adsorción, oxidación química, filtración y procesos de oxidación avanzada (POA); no obstante, estos tratamientos presentan falencias coincidentes como la no viabilidad en escala industrial, costos no permisibles para pequeñas y medianas empresas, adecuación de infraestructura, compra de equipos específicos, uso de sustancias tóxicas como agentes sulfónicos, ácidos y bases cancerígenos y, la necesidad de pasos posteriores para la descontaminación completa como la incineración, el tratamiento de lodos y los métodos magnéticos para la recuperación, reutilización o eliminación de los descontaminantes empleados (Crini & Lichtfouse, 2019; Das et al., 2023; Somma et al., 2021).

La adsorción es una de las técnicas más utilizadas para el tratamiento de aguas industriales y la remoción de colorantes (Agarwala & Mulky, 2023), gracias a su alta eficiencia, pocos pasos operativos y la disponibilidad de adsorbentes de diversas fuentes. Dentro de los adsorbentes más usados se encuentran los minerales como la zeolita y los aluminosilicatos hidratados (Abuzeid et al., 2021), polímeros como el quitosano (Ashurov et al., 2022), o materiales reciclables como el PET y los residuos agroindustriales (Giusto et al., 2017).

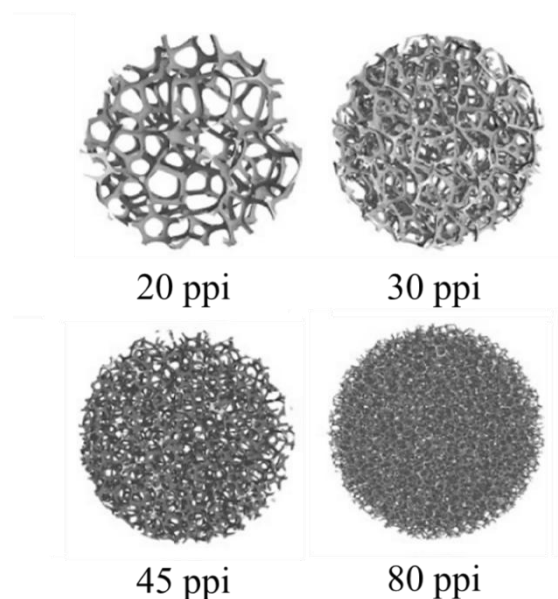
En particular, los materiales carbonosos han atraído la atención en la última década como adsorbentes de colorantes, debido a su elevada área superficial (llegando a superar los $800 \text{ m}^2/\text{g}$, en algunos casos), capacidad de adsorción (con reportes de hasta el 100% de eficiencia) y alta selectividad (enfoque en contaminantes específicos) (Lan et al., 2021). Dentro de los carbones ampliamente reportados en la literatura se encuentran los nanotubos de carbono (CNT), el grafeno (G) y el óxido de grafeno (GO); sin embargo, estos materiales requieren métodos de síntesis industrialmente costosos, como la ablación por láser, la descarga por arco, el monóxido de carbono a alta presión (HiPco) y la deposición química en fase vapor (CVD), haciendo difícil su escala a producción comercial o uso industrial, dados los costos de los equipos necesarios y las adecuaciones de infraestructura (Abu-Nada et al., 2021; Engel & Chefetz, 2019). Además, en la mayoría de los casos, estos y otros materiales carbonosos son particulados, preocupando la recuperación de estos adsorbentes después del proceso de adsorción.

Por lo anterior, los carbones en 3D son una alternativa llamativa para contrarrestar procesos de recuperación de adsorbentes particulados, como la filtración, floculación, sedimentación, entre otros. El carbón vítreo reticulado (CVR) es un material tridimensional monolítico con una estructura tipo panel, con celdas abiertas en forma de red continua, como se ilustra en la [Figura 1](#). Esta estructura proporciona una superficie adecuada para diversas aplicaciones, como la catálisis, el

aislamiento térmico, la biotecnología, la electroquímica y la descontaminación del agua (Mélinon, 2021; Walsh et al., 2016).

Figura 1

Muestras de CVR con diferentes tamaños de poro por pulgada (ppi, por sus siglas en inglés).



Nota: Imagen adaptada de (Vasconcelos et al., 2022).

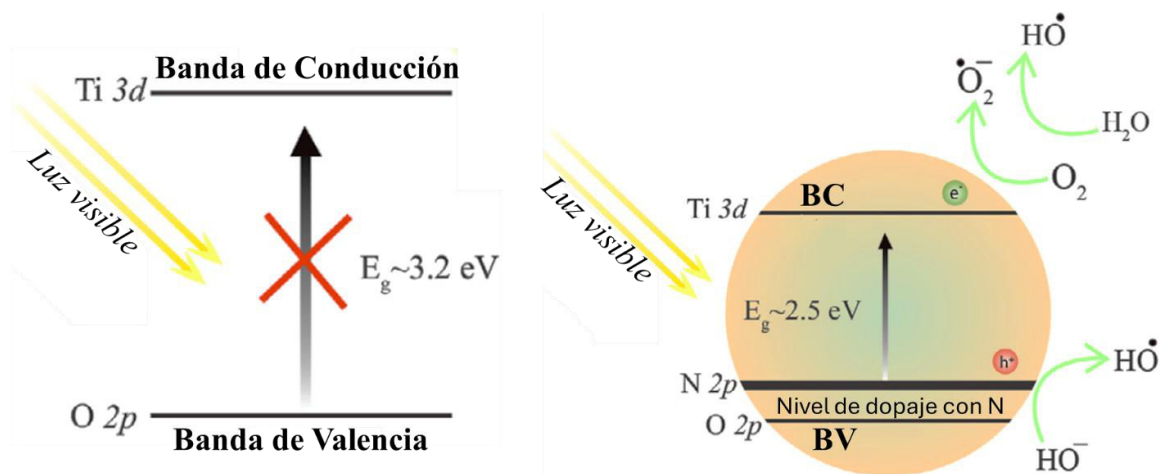
Tradicionalmente, la síntesis de CVR requiere pirólisis a temperaturas superiores a 900 °C, utilizando precursores tóxicos como fenol, formaldehído, furfurilo y resorcinol (Oishi et al., 2017). Sin embargo, estudios recientes han producido con éxito CVR a partir de fuentes respetuosas con el medio ambiente, como la sacarosa, estos CVR con tendencia ecológica tienen propiedades fisicoquímicas y mecánicas comparables a los fabricados comercialmente (Terán Acuña et al., 2020; Vazquez et al., 2020). No obstante, aunque la reciclabilidad de los CVR no requiere tratamientos posteriores en el agua, queda en cuestión la eliminación final o degradación de los colorantes retenidos dentro del carbono tras el proceso de adsorción.

La degradación de colorantes puede lograrse mediante procesos como la oxidación avanzada (POA), que consiste en una serie de reacciones de oxidación selectiva que involucra la generación de especies altamente reactivas como los radicales hidroxilo ($\bullet\text{OH}$), estos radicales pertenecen a las especies de oxígeno reactivas (ROS, por sus siglas en inglés) (Guo et al., 2015). Las reacciones de los POA pueden generarse mediante materiales fotocatalizadores que promuevan los ROS, los fotocatalizadores aprovechan la energía de los fotones y la convierten en energía química, lo que le confiere un importante potencial en diversas aplicaciones, incluyendo el tratamiento de aguas residuales (Nosaka & Nosaka, 2017; Walsh et al., 2016).

Uno de los fotocatalizadores más estudiados es el dióxido de titanio (TiO_2). El atractivo de este material reside en el potencial redox de los portadores de carga fotoinducidos, la estabilidad química, la no toxicidad, la mayor reactividad, la rentabilidad y la facilidad de síntesis (Peiris et al., 2021). No obstante, el TiO_2 (en fase anatasa) requiere luz ultravioleta para su activación, debido a que su brecha de banda específica es de 3.2 eV, lo anterior repercute en limitaciones para la degradación de colorantes bajo luz visible. Para maximizar el uso del TiO_2 bajo luz visible, los investigadores suelen modificarlo mediante dopajes con elementos pertenecientes a las familias de metales y no metales (Khaki et al., 2017). El dopaje con nitrógeno está muy extendido en la degradación de contaminantes, ya que mejora la actividad fotocatalítica del TiO_2 en la región de luz visible otorgándole estabilidad y baja energía de ionización; además, el nitrógeno posee tamaño atómico similar al del oxígeno permitiendo su incorporación a la estructura del TiO_2 tanto intersticialmente como por sustitución. En la [Figura 2](#) se presenta un esquema del proceso fotocatalítico del TiO_2 dopado con nitrógeno (N-TiO_2) (Bakre et al., 2020; Boscaro et al., 2019).

Figura 2

Esquema de proceso fotocatalítico de TiO_2 . A la izquierda TiO_2 sin dopaje; a la derecha N- TiO_2 .



Nota: Imagen adaptada de (Peiris et al., 2021).

Los recubrimientos de N- TiO_2 en materiales carbonosos tienen un efecto sinérgico que favorece la estabilidad del recubrimiento, debido a que los portadores de carga del carbón equilibran las reacciones de par electrón-hueco generadas en el N- TiO_2 después de la foto-inducción, disminuyendo la pérdida de energía cuántica y mejorando las interacciones de óxido-reducción necesarias para la degradación de colorantes (Nie et al., 2014; Peiris et al., 2021).

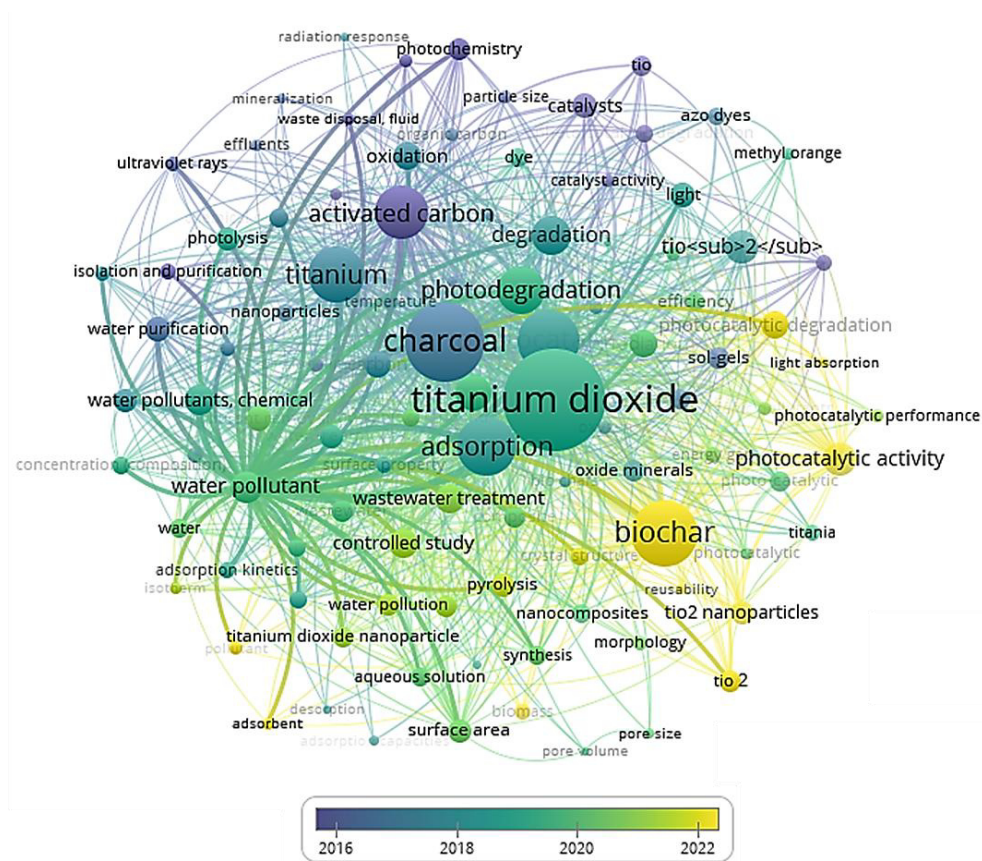
Los carbones obtenidos a partir de biomásas (biocarbones) han exhibido propiedades sobresalientes como adsorbentes de colorantes (con remociones de hasta el 100%) debido a la cantidad de grupos funcionales oxigenados ($-\text{COOH}$, OH , CO) y sitios activos generados en su superficie mediante el proceso de pirólisis; la mayor ventaja que tiene la producción de biocarbones (BC) es el bajo costo de sus precursores que pueden derivar de residuos agroindustriales, residuos alimenticios, residuos de producción del papel, entre otros; otro aspecto favorable es la disponibilidad de los precursores pues los residuos de biomásas superan los 3 millones de toneladas

al año, lo que convierte a los biocarbones en materiales sostenibles en el tiempo (Food and Agriculture Organization of the United Nations , 2022).

Las investigaciones sobre los recubrimiento de TiO_2 soportados en biocarbones (BC/ TiO_2) son escasas y relativamente nuevas, de acuerdo con el análisis bibliométrico realizado en Scopus y analizado con VOSviewer.exe, el auge de estos materiales se hace relevante desde el 2016 (ver [Figura 3](#)); sin embargo, a pesar su corta trayectoria los BC/ TiO_2 han demostrado prominentes resultados en cuanto a la degradación de colorantes en aguas industriales (Liu et al., 2024).

De acuerdo con las revisiones de diferentes autores, los BC/ TiO_2 exhiben excelentes propiedades en procesos fotocatalíticos, ya que los BC actúan como canal de tránsito de electrones promoviendo la migración de los portadores de carga foto-inducidos del TiO_2 , gracias a que los BC presentan mayor número de grupos hidroxilo y carboxílico que potencian las reacciones redox en la degradación de colorantes (Hosseini-Monfared et al., 2021; Liu et al., 2024; Wang et al., 2021). Sin embargo, los BC/ TiO_2 reportados en la literatura son principalmente particulados lo que incide en procesos posteriores para la recuperación del material después de los procesos de degradación (mencionados anteriormente), dejando en entredicho, los costos adiciones del postratamiento de aguas y la disposición final de los BC/ TiO_2 .

Análisis bibliométrico del uso de biocarbones como soporte de TiO₂ para la degradación de colorantes.



Nota: Esta red bibliométrica fue realizada usando la base de datos de Scopus en archivo RIS la cantidad de artículos de investigación vinculados a la red fue de 551 documentos disponibles, el intervalo de tiempo escogido fue del 1960-2025, la relación de búsqueda fue “biochar OR charcoal OR biocarbon AND TiO₂”.

Los procesos de remoción de colorantes a través de carbones, biocarbones y TiO_2 se han estudiado recurrentemente como dos campos separados; por una parte, se encuentran los estudios sobre los adsorbentes, que abarcan: Síntesis, modificaciones, funcionalizaciones y capacidad o eficiencia como adsorbente. Por otro lado, se encuentran las investigaciones sobre degradación de

colorantes mediante TiO_2 , cuyos estudios reportados se centran en la síntesis, modificaciones, funcionalizaciones y capacidad o eficiencia en la degradación. Sin embargo, es escasa la exploración de materiales en los que la adsorción ocupa un papel de igual importancia que la fotodegradación; es decir, que el énfasis de los soportes de carbono para recubrimientos de TiO_2 no sea únicamente el mejoramiento de la capacidad fotocatalítica del TiO_2 , si no procurar la sinergia de los dos materiales para obtener una capacidad híbrida de adsorción-fotocatálisis; lo cual es importante porque en la industria textil hay colorantes de alto costo comercial que en algunas ocasiones se desea recuperar y recircular, mientras que otros colorantes menos costosos o con mayor toxicidad se desean degradar (Peiris et al., 2021; Wang et al., 2021).

Con base en lo anterior, en el Grupo de Investigación en Desarrollo y Tecnología de Nuevos Materiales (GIMAT) se han realizado investigaciones en la síntesis de materiales con propiedades híbridas de adsorción-fotocatálisis, con el objetivo de ser utilizados en el tratamiento de aguas contaminadas con colorantes. Dentro de esas investigaciones se encuentra la síntesis de CVR/N- TiO_2 a partir de plantillas de poliuretano y azúcar refinada (Arciniegas Castro G. , 2020), los resultados fueron reveladores al lograr mediante adsorción-fotocatálisis una remoción superior al 90% en 60 min del colorante naranja de metilo.

No obstante, estas investigaciones presentaron limitaciones en cuanto a la disponibilidad de las plantillas de sacrificio, que debían ser importadas y se encontró diferencias funcionales y de porosidad entre los lotes adquiridos con posterioridad. Conjuntamente, la resina de sacarosa a partir de azúcar refinado va en contradicción con los ODS al ser un recurso que compite con los alimentos de uso humano. Es de aclarar, que las investigaciones mencionadas fueron de carácter exploratorio; por lo tanto, en ninguna de ellas se realizó un análisis detallado de los mecanismos de adsorción-fotocatálisis por los cuales los CVR modificados con recubrimientos de N- TiO_2 lograban mantener

su capacidad de adsorción en oscuridad, este efecto de gran adsorción en ausencia de luz llegó a solapar la fotodegradación; por consiguiente, el aporte fotocatalítico en la degradación del naranja de metilo no fue corroborado.

En consecuencia, el objetivo general de la presente investigación fue la síntesis de CVR/N-TiO₂ a partir de residuos agroindustriales con el fin de identificar su capacidad híbrida de adsorción/fotocatálisis para su aplicación en el proceso de remoción de colorantes de la industria textil. Se buscó precursores que estén en concordancia con los ODS, para ello se optó por residuos agroindustriales relevantes en Colombia y la región de Santander. Los residuos seleccionados fueron pseudotallo de banano como plantilla de sacrificio y melaza de caña panelera como precursor de la resina de sacarosa; en descripciones posteriores se presentan detalles de estos precursores.

Para confirmar que el reemplazo de los precursores conducía a resultados efectivos en los procesos de adsorción-fotocatálisis de colorantes, se realizaron caracterizaciones y análisis adicionales a los CVR/N-TiO₂ reportados por Arciniegas Castro. (2020), con el fin de postular los posibles mecanismos implicados en la adsorción-fotocatálisis simultánea y convertir los resultados de los CVR/N-TiO₂ (a partir de poliuretano y azúcar refinada) en los datos de control. Posteriormente, los CVR y CVR/N-TiO₂ obtenidos a partir de pseudotallo de banano y melaza fueron sometidos a análisis de procesos de adsorción-fotocatálisis de naranja de metilo, con el propósito de comparar los resultados obtenidos con las espumas de control (blanco).

Bajo el objetivo de ampliar el alcance de los CVR y CVR/N-TiO₂ obtenidos a partir de pseudotallo de banano y melaza, se realizaron análisis adicionales de remoción de dos colorantes con estado de ionización diferente al naranja de metilo (aniónico), para tal fin se seleccionó el azul de metileno (catiónico) y la rodamina (Zwitteriones, su estado de ionización depende del pH en el medio acuoso), teniendo en cuenta que los tres colorantes son usados en la industria textil. Por

último, los CVR/N-TiO₂ obtenidos a partir de pseudotallo de banano y melaza fueron sometidos a procesos de adsorción-fotocatálisis de colorantes en aguas residuales reales, obtenidos de la empresa Areagua de Curití-Santander. Es de destacar, que hasta la fecha no hay reportes en la literatura de materiales CVR y CVR/N-TiO₂ (3D) obtenidos a partir de pseudotallo de banano y melaza con capacidades descontaminantes de adsorción-fotocatálisis simultánea; por lo anterior, los resultados de esta investigación brindarán nuevas opciones sobre el uso de residuos agroindustriales para la obtención de materiales emergentes con enfoque ambiental.

Por lo tanto, este trabajo presenta la síntesis, caracterización y evaluación de cuatro materiales: CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de poliuretano y azúcar refinada (materiales de control) y CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza. Los resultados de esta investigación se presentan en 3 capítulos. En el Capítulo 1, se exponen los fundamentos teóricos e investigaciones previas que fueron referentes para el desarrollo de esta investigación.

En el Capítulo 2, se presenta la síntesis de los CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de poliuretano y azúcar refinada, se describen los efectos de la modificación del recubrimiento del CVR a través de una amplia gama de técnicas de caracterización, se corroboró la capacidad de remoción y degradación del colorante naranja de metilo, mediante análisis de adsorción-fotocatálisis simultánea. Se demostró el aporte fotocatalítico del N-TiO₂ a través de análisis electroquímicos, producción de radicales hidroxilo y ciclos de reúso. Así mismo, se describieron los posibles mecanismos que intervienen en la capacidad y eficiencia de remoción-degradación del colorante naranja de metilo.

En el Capítulo 3 se presenta la síntesis de los CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza, se describió la obtención de las plantillas de sacrificio, así como la obtención de la resina de sacarosa. Posteriormente, se verificó y se comparó con las espumas de control, los efectos de la modificación del recubrimiento del CVR a través de una amplia gama de técnicas de

caracterización, se corroboró y comparó la capacidad de remoción y degradación del colorante naranja de metilo mediante análisis de adsorción-fotocatálisis simultánea. Se demostró y comparó el aporte fotocatalítico del N-TiO₂ a través de análisis electroquímicos, producción de radicales hidroxilo y ciclos de reúso. Se describieron y compararon los posibles mecanismos que intervienen en la capacidad y eficiencia de remoción-degradación del colorante naranja de metilo. Se amplió el alcance de los CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza, mediante análisis de remoción simultánea de los colorantes azul de metileno y rodamina. Por último, se comprobó la eficiencia de remoción-degradación de colorantes en aguas reales y se confirmó la capacidad descontaminante en aguas mediante análisis de carbono orgánico total, sulfatos y cloruros.

1. Fundamentación Teórica y Antecedentes Generales

1.1 Aguas Residuales en la Industria Textil

La industria textil representa uno de los motores productivos más importantes en países como China, India, Afganistán y Colombia. Para favorecer el sector en el proceso de tinturación, se producen aproximadamente 10.000 tipos de colorantes sintéticos y la producción mundial por año supera las 700.000 toneladas; de las cuales casi 200.000 toneladas de colorantes son transferidas al medio ambiente debido a los diferentes procesos de tinturación empleados en las industrias textiles (Al-Mamun et al., 2019).

Los colorantes azoicos son la familia más utilizada en la tinturación textil, estos colorantes (en su mayoría iónicos) son compuestos aromáticos con presencia de enlaces $-N=N-$ (azo), su amplio uso se debe a su extensa gama de colores (rojo, azul, naranja, amarillo, negro), son muy estables en medios acuosos lo que facilita su impregnación en textiles con una fijación superior al 98%. (El-Sayed et al., 2024). Los colorantes azoicos ampliamente estudiados en el tratamiento de aguas son: Naranja de metilo, rojo Congo, negro reactivo 5 (RB5), naranja 2, azul de metileno y rojo metilo. Estos colorantes son poco biodegradables, resistentes a la luz, al calor y no se afectan por entornos altamente ácidos o alcalinos. En cuanto a procesos de remoción tienen gran afinidad por los materiales carbonosos y subproductos agrícolas, en entornos aerobios (Strebel et al., 2024).

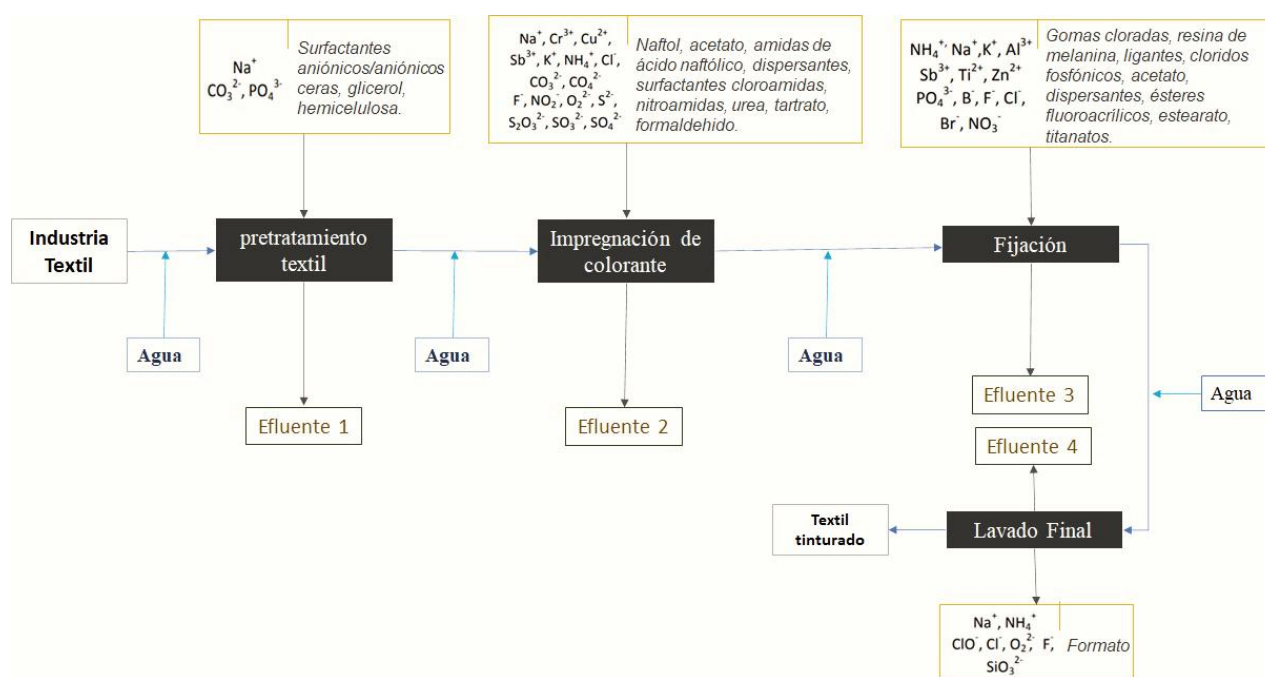
Los estudios enfocados en la remoción de colorantes en aguas residuales, generalmente se dividen en tres tipos: tratamientos físicos, químicos y biológicos. Sin embargo, cada uno de estos tratamientos presenta sus propias limitaciones, como se describe en el [Apéndice A](#).

Para el caso de la tinturación en la industria textil, los tratamientos mencionados anteriormente, suelen ser incompletos porque la impregnación de un solo colorante se basa en una

serie de etapas que generan varios efluentes de aguas residuales con diferentes valores de pH, surfactantes, tensoactivos, iones de Na^+ , K^+ , Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , entre otros. Las etapas más comunes son: Pretratamiento textil (efluente 1), impregnación de color (efluente 2), Fijación del color (efluente 3) y Lavado (efluente 4). Ver [Figura 4](#).

Figura 4

Esquema del proceso de tinturación textil.



Nota: El esquema fue construido con base en las investigación de (Strebel et al., 2024).

Lo anterior conlleva a que la descontaminación de aguas cargadas de colorantes no se pueda efectuar en un solo paso y se requiera de pretratamientos en la solución que se desea procesar. Algunos de esos pretratamientos son similares a los procesos de tinturación; por ejemplo, el ajuste de pH para mejorar la afinidad iónica entre el colorante y el descontaminante, ajustes de concentración de colorante para determinar la saturación del descontaminante y ajuste de temperatura para controlar la cinética de reacción (Sarma et al., 2018).

De acuerdo con la literatura, los procesos de tratamiento de aguas que han dado mayor aproximación a las necesidades del sector textil, con resultados de hasta del 100% de remoción de colorantes, son la adsorción y la fotocatálisis (Crini & Lichtfouse, 2019; Yagub et al., 2014). No obstante, en la literatura los investigadores se centran en describir el colorante removido y los mecanismos que se utilizaron para dicha remoción sin dejar claro la etapa o el tipo de efluente en el que es óptimo el proceso reportado, lo que afecta su aplicación a escala industrial. Por lo general, la aplicabilidad del descontaminante en escala industrial queda como sugerencias para análisis posteriores, al igual que el reúso o disposición final del descontaminante, limitando a las empresas a hacer estos últimos análisis con financiaciones propias o descartar dichas investigaciones (Al-Mamun et al., 2019).

Por tal motivo, en la última década se han incrementado las investigaciones para desarrollar materiales con funciones heterogéneas en el tratamiento de efluentes provenientes de la industria. Procesos como la adsorción y la fotocatálisis combinada llaman la atención por su capacidad de complementarse en la descontaminación de matrices complejas y reducir los pasos para la descontaminación de efluentes; sin embargo, estos estudios son escasos (Lan et al., 2021).

1.2 Adsorción de Colorantes

La adsorción es un proceso fisicoquímico superficial con un gran número de reportes académicos en el campo del tratamiento de aguas de la industria textil debido a su alta eficiencia en la remoción de colorantes. La adsorción de colorantes se basa en la afinidad entre el adsorbato y el adsorbente que se logra a través de fuerzas intermoleculares como interacciones electrostáticas, enlaces de hidrógeno o fuerzas de Van der Waals (Agarwala & Mulky, 2023; Yagub et al., 2014).

Los mecanismos de adsorción son analizados mediante una combinación de procedimientos y datos de equilibrio, dentro de los cuales se destacan los modelos isotérmicos de adsorción de Brunauer-Emmett-Teller (BET), Langmuir, Freundlich, Temkin y Dubinin-Radushkevich (DR), entre otros. Estos modelos permiten predecir, el tamaño y volumen de poros, adsorciones en monocapa o multicapa, adsorciones de tipo homogéneo (igual en todos los sitios activos) o heterogéneo (sitios activos con propiedades fisicoquímicas desiguales), se valida el poder calorífico de la adsorción, si es exotérmica o endotérmica, si es lineal o depende de la concentración del colorante y la disponibilidad de sitios activos. En específico, brinda información sobre si la adsorción obedece a mecanismos de fisisorción, quimisorción o ambas (Agarwala & Mulky, 2023; Kapoor et al., 2024).

Los análisis de cinética de adsorción recurrentemente se evalúan mediante los modelos de pseudo-primer y pseudo-segundo orden postulados por Lagergren. A través de estos modelos se valida el tiempo de equilibrio y la velocidad de adsorción, se identifican aspectos como la reversibilidad o irreversibilidad y la incidencia de la difusión de partículas en la velocidad de adsorción, estos modelos se utilizan con el fin de predecir o descartar mecanismos de quimisorción (Mudhoo & Pittman Jr, 2023). Por su parte, el modelo de difusión intrapartícula de Weber-Morris (WMIPD) puede ser complementario a los modelos de pseudo-primer y pseudo-segundo orden y se basa en una relación empírica donde la captación de adsorbato es relativamente proporcional a la raíz cuadrada del tiempo; este modelo da una idea del espesor de la capa límite, donde la ordenada de origen es proporcional a la contribución de la sorción superficial. Según los resultados obtenidos del modelo, se puede validar si la difusión intrapartícula es la limitante de la velocidad de adsorción (Chen et al., 2010).

Los análisis de mecanismos de adsorción mediante los modelos expuestos requieren de ciertos procedimientos para que la obtención de datos experimentales vaya acorde con las teorías derivadas de los modelos. El principal, es la preparación de soluciones del colorante a diferentes concentraciones que pueden variar entre los mM, mg/L o g/L (según el colorante). Asimismo, es esencial definir parámetros propios de cada modelo como la temperatura, la masa de adsorbente (en mM, mg o g), el volumen de solución, el pH y el tiempo de contacto, ya que estos factores definen la eficiencia del proceso (Agarwala & Mulky, 2023; Ayawei et al., 2017).

Otros aspectos importantes en los análisis de mecanismos de adsorción son la determinación de características específicas de la superficie, como el punto isoeléctrico, el potencial zeta y la hidrofiliidad o hidrofobicidad del material. La determinación de esas propiedades brinda información sobre las capacidades y eficiencias del adsorbente, teniendo en cuenta que los aspectos mencionados influyen en gran medida en las interacciones físicas (puentes de hidrógeno, interacciones electrostáticas de repulsión o atracción, fuerzas de Van der Waals, etc) o reacciones químicas (reversibles o irreversibles) involucradas en el proceso de adsorción (Senapati et al., 2025).

Los materiales adsorbentes de colorantes, más destacados en la literatura son los de origen natural o derivados de fuentes naturales como las sílices las cuales han demostrado ser ideales para la descontaminación de aguas; el quitosano, siendo uno de los biopolímeros más abundantes de la tierra y, las zeolitas o aluminosilicatos hidratados, destacados por proporcionar una buena relación adsorbente-adsorbato con los colorantes (Abuzeid et al., 2021).

Dentro de los adsorbentes sintéticos se encuentran los materiales contruidos a partir de metales y ligantes orgánicos que forman estructuras texturizadas con porosidad permanente como los enrejados metal-orgánicos (MOFs, por sus siglas en inglés); así mismo, se destacan materiales emergentes contruidos a través de polimerizaciones simultáneas basados en enlaces covalentes

fuertes como los enrejados orgánico-covalentes (COFs). Sin embargo, los adsorbentes más utilizados en el tratamiento de aguas textiles residuales son los derivados de carbón, dentro de los cuales se encuentran el grafeno (G), los nanotubos de grafeno (CNT), el carbón activado (CA) y los biocarbones. Los biocarbones se caracterizan por su gran área superficial, porosidades con tamaños ajustables, excelente capacidad de adsorción, fácil accesibilidad, alta selectividad, reciclabilidad superior y se pueden obtener a muy bajo costo económico; adicionalmente, poseen propiedades de funcionalización que favorecen la adsorción de colorantes (Jain et al., 2021; Lan et al., 2021; Wang et al., 2021).

Se estima que los biocarbones exhiben varias ventajas respecto a los CNT, los G y los GO debido a que estos últimos presentan limitaciones como la disponibilidad de precursores, poros a escala nanométrica que dificultan la difusión de colorantes con moléculas grandes como el naranja de metilo y, requieren de pasos posteriores para su recuperación después de los procesos de adsorción (Jain et al., 2021). En comparación con la mayoría de los CA convencionales, el biocarbón posee una estructura mesoporosa bien desarrollada y abundantes grupos funcionales superficiales que favorecen la afinidad por colorantes iónicos. Además, puede servir como catalizador versátil o soporte de catalizadores como el TiO_2 (Wang et al., 2021). En la [Tabla 1](#) se presentan los mecanismos de adsorción de los materiales derivados de carbón más destacados en el tratamiento de aguas, indicando las ventajas y desventajas para cada caso.

Tabla 1

Mecanismos de adsorción de los materiales de carbón más destacados en la literatura. Ventajas y desventajas en la remoción de colorantes.

Material	Mecanismo de Adsorción	Ventajas	Desventajas	Fuente
Nano tubos de carbono (CNT)	Fisisorción: Interacción de grupos funcionales específicos como los carboxílicos, hidroxilos, aldehídos y cetonas, cargados negativamente en la parte más externa de la nanoestructura. Existe una relación directamente proporcional entre el aumento de la temperatura y la capacidad de adsorción del CNT.	los CNT poseen tres sitios activos para adsorber contaminantes: canales intersticiales, surcos y superficie externa, esto sumado a su gran área superficial de hasta 800 m ² /g. Lo convierten en un gran adsorbente.	La adsorción no ocurre en las cavidades más internas del material. La fisisorción requiere acondicionamientos del ambiente, porque influyen fenómenos como el punto de ebullición, las energías de solvatación y las estructuras cristalinas.	(Abbas et al., 2016)
	Modelo cinético de pseudo segundo orden y adsorción en monocapa. De acuerdo con la medición del potencial zeta, los CNT generalmente tienen carga positiva, lo que indica que estos materiales presentan una adsorción predominante de colorantes aniónicos.	Los CNT tienen una gran capacidad para adsorber colorantes azoicos, estos colorantes son los más utilizados en la industria textil.	La descontaminación con CNT es selectiva descartando los colorantes catiónicos. El tamaño nanométrico los CNT dificulta la recuperación del material.	(Jain et al., 2021)
	Mecanismo de fisisorción, mediante interacciones π - π , promovidas por los anillos aromáticos de los colorantes que generan una excelente relación entre electrones π donadores y π receptores.	La capacidad de adsorber contaminantes orgánicos se debe al gran número de sitios activos que mejora la adsorción en los CNT.	La velocidad de adsorción disminuye conforme la concentración del colorante se reduce.	(Yagub et al., 2014)

Grafeno (G)	Fisisorción predominante, gracias a la excelente movilidad de electrones, alta conductividad térmica, fuerte resistencia mecánica y gran flexibilidad.	El área superficial del G puede alcanzar los 2630 m ² /g, esto puede ser hasta 6 veces mayor que la superficie del CA y los CNT	Las dimensiones del G no superan un espesor de 0,334 nm, dificultándose la remoción del material después del tratamiento de aguas.	(Engel & Chefetz, 2019)
Óxido de grafeno (GO)	Mecanismo de fisisorción, dada principalmente por puentes de hidrógeno. La adsorción exhibe una cinética de pseudo segundo orden, indicando adsorción de monocapa.	El GO tiene una capacidad de adsorción de agua de hasta 0,58 g de H ₂ O/g; por otra parte, la cinética de adsorción y desorción del GO es 5 veces mayor que la del gel de sílice. El GO degrada fácilmente el NM, a través de grupos funcionales de NH que facilitan la formación de puentes de hidrógeno y favorecen la adsorción. Puede remover hasta 203 mg/g de colorante.	No es apto para remover bajas concentraciones de colorante, porque su capacidad de adsorción disminuye al disminuir la concentración del colorante. En soluciones alcalinas la capacidad de adsorción del naranja de metilo (NM) disminuye debido a la relación competitiva entre los OH ⁻ de la solución alcalina y los iones de SO ₃ ⁻ del NM.	(Lian et al., 2018) (Abu-Nada et al., 2021)
Carbón Activado (CA)	La descontaminación de colorantes por biocarbones se debe a diferentes mecanismos, tanto de fisisorción como de quimisorción, comprenden fuerzas de adsorción de van der Waals, puentes de H, las interacciones π - π , así como los efectos hidrofóbicos y electrostáticos.	Son materiales de bajo costo debido a que la fuente de carbono puede incluir cualquier residuo agroindustrial como madera, cáscaras de arroz, carbón, piña, guadua u otros compuestos orgánicos.	Los colorantes quedan contenidos en el material y se requiere de procesos adicionales para su reciclaje o disposición final.	(Ahmed et al., 2018; Lan et al., 2021; Yagub et al., 2014)

La carga superficial del biocarbón suele ser negativa por la presencia de grupos OH^- , COO^- , aumentando la atracción electrostática entre el biocarbón y los colorantes catiónicos. La intensidad de la atracción electrostática se relaciona profundamente con la carga atómica y el espacio entre los átomos.	No requiere de pH agresivos porque su mayor adsorción se da a pH entre 3 y 5.	La descontaminación es selectiva, por lo tanto, se requiere de confuncionalizaciones o pretratamientos en las soluciones acuosas, para mejorar los procesos de adsorción en colorantes no catiónicos.	(Dai et al., 2018)
Los CA derivados de plantas como el nopal y el Lichi presentan una adsorción espontánea y endotérmica.	Área superficial de hasta $600 \text{ m}^2/\text{g}$. adsorción máxima de 1341 mg/g de colorantes en solución acuosa.	Se sintetiza en polvo requiriendo de procesos posteriores de recuperación del material después de su uso.	(Choudhary et al., 2020)
La quimisorción también está presente en los CA porque son sistemas en los que la entalpía de adsorción es inversamente proporcional a la capacidad de adsorción.		La quimisorción depende de las condiciones de temperatura del sistema y éstas deben superar los 38°C .	(Chen et al., 2019)

1.3 Fotocatálisis Heterogénea: Dióxido de Titanio (TiO_2) en Procesos de Descontaminación de Aguas

La fotocatálisis heterogénea es un proceso de oxidación avanzada que consiste en reacciones de oxidación selectiva y total de compuestos orgánicos, utiliza energía fotónica y la convierte en energía química, ofreciendo un gran potencial para muchas aplicaciones, especialmente el tratamiento de aguas residuales (Valange & Védrine, 2018).

Uno de los fotocatalizadores más estudiados es el TiO_2 . El interés en este material se incrementó gracias a Honda y Fujishima, quienes en 1972 mostraron que electrodos de TiO_2 pueden absorber luz para promover el proceso de rompimiento de la molécula de agua. Además, el TiO_2 es

utilizado en múltiples reacciones oxidativas dado su alto potencial redox, estabilidad química, no toxicidad, alta reactividad, bajo costo y fácil síntesis. Esto lo convierte en un candidato ideal para aplicaciones como degradación fotocatalítica de contaminantes (Peiris et al., 2021).

El proceso fotocatalítico del TiO_2 ocurre en seis pasos: Primero, se produce la transferencia de masa del contaminante desde la fase líquida a la superficie de TiO_2 ; segundo, el contaminante se adsorbe sobre la superficie de TiO_2 y, en presencia de luz ultravioleta ocurre la absorción de fotones que da lugar a un par electrón-hueco; tercero, se produce la migración del par electrón-hueco a la superficie, donde se forman radicales hidroxilos ($\bullet\text{OH}$), hidro-superóxido ($\text{HO}_2\bullet$) y superóxido ($\text{O}_2\bullet^-$); cuarto, ocurre la oxidación de los compuestos orgánicos promovidos por los radicales libres en la superficie del TiO_2 ; el quinto paso es la desorción de los contaminantes orgánicos degradados en productos intermedios o mineralizados en la superficie de TiO_2 ; finalmente, ocurre la transferencia de masa de los contaminantes degradados desde la interfase a la solución (Al-Mamun et al., 2019).

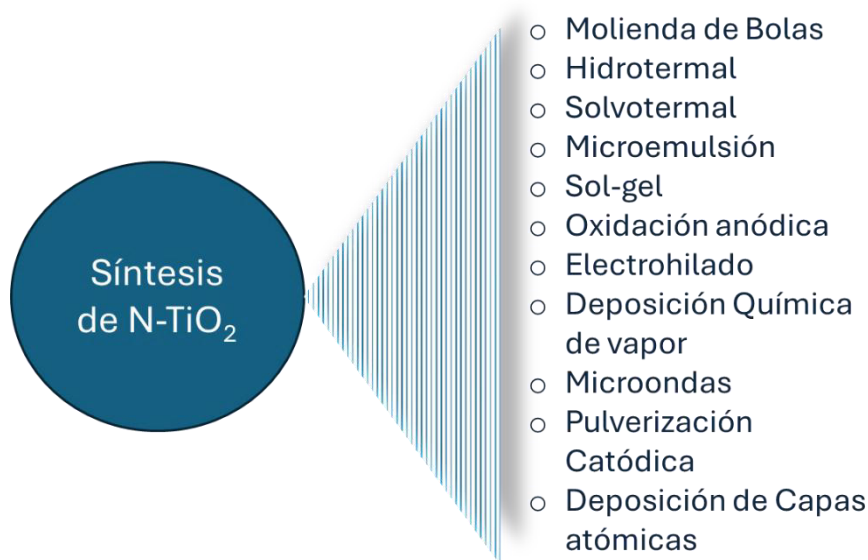
No obstante, este fotocatalizador presenta varias falencias, una de ellas es que el ancho de banda es de 3.2 eV, en la fase anatasa, por lo que solo le permite absorber fotones en el espectro ultravioleta (UV), perdiendo propiedades de oxidación heterogénea en espectros de luz visible. Otra desventaja es la alta tasa de recombinación del electrón fotogenerado (e_{CB}^-) y el hueco (h_{VB}^+), lo que disminuye la eficiencia cuántica del sistema y causa el desperdicio de energía en forma de calor. Para superar esto el TiO_2 suele ser modificado mediante el dopaje con metales, no metales o compuestos (Khaki et al., 2017).

Dentro de los dopajes más estudiados, el dopaje con nitrógeno es particularmente común en la degradación de colorantes porque mejora la actividad fotocatalítica del TiO_2 en el rango de luz visible. Debido a su alta estabilidad, baja energía de ionización y tamaño atómico similar al oxígeno, el nitrógeno logra incorporarse a la estructura del TiO_2 tanto intersticialmente, como por sustitución,

adicionalmente hay varias opciones para sintetizar TiO_2 dopado con nitrógeno (N-TiO_2) (Ananpattarachai et al., 2009; Bakre et al., 2020; Peiris et al., 2021), algunas de ellas se presentan en la Figura 5.

Figura 5

Métodos utilizados para la síntesis de N-TiO_2 .



Ampliamente, se han publicado estudios sobre las interacciones de N-TiO_2 con otros elementos, con el fin de aprovechar las propiedades fotocatalíticas del TiO_2 en la descontaminación de colorantes presentes en aguas residuales; por ejemplo, Zhang et al. (2020) realizaron una investigación sobre la degradación de contaminantes impulsada por la luz visible con puntos cuánticos de carbono (CDs); en el estudio se sintetizó un compuesto de CDs y N-TiO_2 (CDs/ N-TiO_2) y los autores demostraron que la presencia de C aumentó la capacidad de degradación de Rodamina B (RhB) alcanzando un 99,8 % en 5 min bajo luz visible, la concentración del colorante en la solución sin tratar era de 10 mg/L.

Adicionalmente, el dopaje con N incrementó la adsorción del colorante en la oscuridad, pasando de un 6.66% para el TiO_2 hasta un 19,97% para el N- TiO_2 en el mismo intervalo de tiempo. Considerando que la fotocatalisis es un proceso heterogéneo, este incremento ayudó a promover el proceso de degradación. Los autores también concluyeron que el dopaje con N puede permitir que el TiO_2 , semiconductor tipo n, muestre un carácter tipo p, facilitando la transferencia de electrones a los CD (Zhang et al., 2020).

Así mismo, se han estudiado las diferentes interacciones que puede tener el TiO_2 con el C; por ejemplo, el reemplazo del oxígeno o el titanio por átomos de C da lugar a la formación de vacantes de oxígeno; lo cual conlleva a un aumento de la actividad fotocatalítica del material porque desplaza el borde de absorción de energía hacia la región visible. Además, el acoplamiento del TiO_2 y el C favorece la separación de pares electrón-hueco durante el proceso fotocatalítico, disminuyendo la recombinación; los estudios también revelaron que el C mejora la eficiencia cuántica en el sistema (Li et al., 2015). Por otro lado, durante la síntesis del compuesto C/ TiO_2 puede ocurrir la deposición del carbono en la superficie del TiO_2 , el cual actúa como fotosensibilizador para transportar electrones fotogenerados a la banda de conducción del TiO_2 aumentando la capacidad de degradación de contaminantes en aguas residuales (Peiris et al., 2021).

Recientemente, se han adelantado estudios sobre la relación de los biocarbones con el TiO_2 , por ejemplo, en la revisión realizada por Liu, et al. (2024) sobre los progresos de los materiales compuestos de TiO_2 -Biocarbones en el tratamiento de aguas, los autores definen a los biocarbones como materiales excepcionales debido a su sostenibilidad ecológica, disponibilidad en la naturaleza, estructura espontáneamente porosa, presencia de grupos funcionales oxigenados y resistencia a medios ácidos y alcalinos. Todas estas propiedades le conceden grandes ventajas dentro de los

materiales carbonosos, especialmente porque favorecen la unión o el crecimiento de nanopartículas del TiO_2 , gracias a las cargas superficiales y a la estabilidad entre estos dos materiales.

Por su parte, algunos investigadores han sintetizado materiales C/N- TiO_2 a partir de biocarbones para ser utilizados en la degradación de colorantes como la rodamina, logrando una disminución de la banda prohibida de 2.6 eV y una degradación del 99% de rodamina en 120 min, bajo luz visible LED. Mientras que otros autores sintetizaron materiales co-dopados de C-N- TiO_2 obteniendo degradaciones del 100% de rodamina en 180 min (Hosseini-Monfared et al., 2021).

La desventaja más recurrente en compuestos C/ TiO_2 en la remoción de contaminantes en efluentes hídricos provenientes de la industria, es que la mayoría de estos materiales son nanoestructurados y por su tamaño, después del proceso fotocatalítico requieren de etapas adicionales de recuperación y reciclaje; dentro de las cuales se encuentran la filtración, centrifugación y sedimentación, generando costos adicionales a la industrial. En el [Apéndice B](#) se presenta una comparación de algunas de las principales investigaciones realizadas sobre las interacciones C/ TiO_2 , indicando las ventajas y desventajas encontradas en los procesos de remoción de contaminantes en aguas residuales.

Por lo tanto, una alternativa viable y poco estudiada son los soportes tridimensionales de carbón, para inmovilizar el N- TiO_2 y de esta forma poder separar fácilmente el material semiconductor de las aguas residuales. Este último aspecto en la síntesis de materiales CVR/N- TiO_2 será abordado en la presente propuesta de investigación.

2. Preparación y Análisis de Espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ obtenidas a Partir de Esponjas de Poliuretano y Azúcar de Mesa

2.1 Resumen

En este capítulo se describe la síntesis, caracterización y evaluación de un material compuesto de espumas de carbono vítreo reticulado (CVR) en 3D modificadas con N-TiO₂ (CVR/N-TiO₂), diseñado para la eliminación de naranja de metilo en soluciones acuosas, mediante procesos combinados de adsorción y fotocátalisis. Inicialmente, se detallan los materiales y métodos empleados para la síntesis de las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de esponjas de poliuretano y azúcar refinada. Posteriormente, se describen las técnicas de caracterización utilizadas (SEM-EDS, BET, DRX, Raman, XPS, voltamperometría cíclica, potencial de circuito abierto, ángulo de contacto y potencial zeta). Por último, se presentan los resultados experimentales y análisis de desempeño de las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ en el proceso híbrido de adsorción-fotocátalisis en aguas sintéticas y reales. El objetivo de este capítulo es verificar el efecto fotocatalítico de CVR/N-TiO₂ para la degradación de naranja de metilo bajo irradiación de luz visible, mediante procesos de adsorción y foto-degradación de colorantes empleados en la industria textil.

2.2 Introducción

El Carbón Vítreo Reticulado (CVR) es un material de carbono tridimensional monolítico con una estructura tipo panal de celdas abiertas que forman una red continua. Industrialmente, la síntesis de CVR requiere pirólisis a temperaturas superiores a 900 °C, utilizando precursores tóxicos como fenol, formaldehído, furfurilo y resorcinol (Oishi et al., 2017). Sin embargo, estudios recientes han producido con éxito CVR a partir de fuentes respetuosas con el medio ambiente como la sacarosa.

Estos materiales de CVR con tendencia ecológica tienen propiedades morfológicas, mecánicas y fisicoquímicas comparables a los fabricados con métodos convencionales (Terán Acuña et al., 2020).

Los CVR son considerados materiales principalmente amorfos; no obstante, en espectros Raman sus señales se ubican en la región comprendida entre los $1900\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$ con una relación $I_D/I_G \sim 1.5$ que corresponde a un material parcialmente grafitizado, lo cual le atribuye importantes propiedades en términos electroquímicos y fisicoquímicos debido a la organización estructural que favorece la conducción de electrones (Vazquez et al., 2020; Zaidi et al., 2020); por otro lado, su estructura proporciona una superficie adecuada para diversas aplicaciones, como la catálisis, el aislamiento térmico, la biotecnología, la electroquímica y la descontaminación del agua (Mélinon, 2021; Walsh et al., 2016).

Sin embargo, los estudios sobre carbones vítreos reticulados (CVR) se han centrado principalmente en sus modificaciones para aplicaciones electroquímicas, específicamente en el desarrollo de electrodos (ánodos y cátodos), con énfasis en la fabricación de sensores y sistemas de almacenamiento de energía. Estas investigaciones han abordado particularmente el análisis de la cinética electroquímica en configuraciones tanto estáticas como de flujo controlado (Calixto et al., 2021; Vazquez-Samperio et al., 2021; Walsh et al., 2016).

Dentro de otras propuestas presentadas por algunos autores para el avance de los estudios de los CVRs, se encuentran su modificación con manufactura aditiva para controlar la textura, porosidad y la capacidad de soportar partículas en las redes tridimensionales de poro abierto; el uso de fuentes renovables que aumenten la sustentabilidad del proceso y se reduzcan los costos; el mejoramiento de las resistencias mecánicas del CVR, como la resistencia a la compresión, elongación, ruptura, etc; y procesamientos híbridos con técnicas de síntesis viables que mejoren la

eficiencia energética en los procesos de descontaminación a través una mayor disponibilidad de oxidantes en el sistema (de Souza Vieira, 2022; Vasconcelos et al., 2022).

Con lo anterior se hace evidente que el uso del CVR en la descontaminación de aguas residuales ha sido escaso; sin embargo, algunas investigaciones han demostrado que los CVR modificados con semiconductores como el TiO_2 son promisorios para la descontaminación de colorantes como el naranja de metilo, negro reactivo y azul reactivo; debido a que la modificación de CVR con TiO_2 mejora la estabilidad del material en soluciones acuosas y puede generar cantidades considerables de $\bullet\text{OH}$ a partir de la oxidación del agua o a través de peróxido (H_2O_2) electrogenerado (Vasconcelos et al., 2022; Zaidi et al., 2020). En la [Tabla 2](#) se presenta una comparación de algunas investigaciones representativas sobre la descontaminación de aguas residuales a través de CVR.

Tabla 2

Comparación de estudios de remoción de colorantes en aguas mediante el uso de CVR modificado.

Compuesto	Síntesis	Contribución	Desventajas	Referencia
TiNS/PbO_2 /CVR	Los sustratos de CVR se recubrieron con un compuesto de PbO_2 y nanoláminas de TiO_2 mediante deposición electroforética anódica. El CVR fue obtenido comercialmente y fue usado como cátodo.	Degradación del colorante RB-5 mediante electroquímica y fotocátalisis. La decoloración electroquímica del ánodo generó radicales libres de hidroxilo sobre superficie del material; mientras que, la decoloración fotocatalítica fue impulsada por la contribución del efecto sinérgico de los agujeros fotoinducidos y los aceptores de electrones libres. La remoción fue del 98% para una concentración de 10 ppm. en 60 min.	Difícil síntesis del material.	(Zaidi et al., 2020)

O-CVR	El CVR fue dopado con oxígeno en proporciones de 72.5–184.0 $\mu\text{mol/g}$. El CVR fue obtenido comercialmente.	Degradación de azul reactivo. Los electrodos modificados mostraron una actividad electrocatalítica superior, respecto al CVR sin dopar. Gracias a la generación de un mayor número de hidroxilos se logró remover hasta el 81.1% del colorante en una concentración de 1mM en 50 min.	Difícil adaptación a la industria, debido a la adecuación de planta que debe realizarse. (Zhou et al., 2018)
CVR/ PbO ₂ /TiNT como ánodo	Sintetizado por hidrotermal mediante electrodeposición galvanostática a partir de baños con metanosulfonato de plomo (II) y ácido metanosulfónico.	Degradación de NM. Se utilizó CVR como sustrato de gran superficie para deposición de compuestos PbO ₂ /TiNT. Se logró una degradación del 98% en una concentración de 0.25mM en 45 min por electrooxidación.	Difícil síntesis del material a escala industrial. Uso de sustancias tóxicas y de estricto control. (Ramírez et al., 2016)
CVR /PbO ₂	La película de PbO ₂ sobre el sustrato CVR se produjo usando un electrolito que contenía 0,1 mol/L de Pb(NO ₃) ₂ . El CVR fue obtenido comercialmente.	Degradación de Azul reactivo 19. La degradación se alcanzó gracias a una mayor área electroquímicamente activa, pero también por el aumento sustancial de la transferencia de masa provocada por la turbulencia generada por la matriz porosa del CVR. Se alcanzó una degradación del 100% de una concentración de 30mg/L en 60 min.	Difícil síntesis del material a escala industrial. (Farinos & Ruotolo, 2016)

Teniendo en cuenta las escasas investigaciones sobre el tratamiento de aguas mediante CVR y las propiedades que pueden aprovecharse como sus diferentes tamaños de poro, estructura 3D de fácil manejo y adecuada para muchos tipos de modificaciones (Ramírez et al., 2016; Zaidi et al., 2020), capacidad de trabajar con caudales de solución elevados y excelente resistencia a solventes corrosivos (ácidos, bases y solventes orgánicos) (Vasconcelos et al., 2022), sumadas a las capacidades fotocatalíticas (bajo luz visible) que posee el TiO₂ dopado con N; en este capítulo se

abordará el potencial de los CVR/N-TiO₂ de remover y degradar el NM mediante un mecanismo híbrido de adsorción/fotocatálisis.

2.3 Metodología

2.3.1 Síntesis de CVR

El CVR se preparó por el método de plantilla de sacrificio de acuerdo con el procedimientos descritos por Terán et al. (2020) y Arciniegas (2020). Para llevar a cabo la síntesis de las espumas, se usaron esponjas de poliuretano comerciales de 30 poros por pulgada (ppi) cortadas en piezas prismáticas de 4.0 cm x 2.0 cm x 1 cm, las cuales se sumergieron en una resina de sacarosa, preparada previamente a partir de una mezcla de 20 g de azúcar refinada comercial y 50 mL de ácido nítrico 2×10^{-3} N (NHO₃ Merck, >65%). La solución de sacarosa se mantuvo en agitación por 10 min y luego fue sometida a tratamiento térmico de 70 °C durante 48 h.

Posteriormente, las espumas se llevaron a un proceso de curado a 250 °C con una rampa de calentamiento de 1°C/min y una hora de sostenimiento, seguido de una etapa de carbonización a 1000 °C en atmósfera de nitrógeno (0.95 L/min)), con una rampa de calentamiento de 5°C/min y 1h de sostenimiento. Después, se realizó un tratamiento de ultrasonido con acetona (J.T. Baker, >99.6%), solución 1 M de ácido sulfúrico (Baker, >97.9%) y nuevamente acetona (J.T. Baker, >99.6%), en un proceso simultáneo de inmersiones por periodos de 15 min cada inmersión, con el fin de aumentar la hidrofilicidad del CVR.

2.3.2 Obtención de CVR/N-TiO₂

Las espumas CVR fueron modificadas con películas de N-TiO₂ mediante el método de inmersión en sol-gel descrito por (Castellanos-Leal et al., 2017); para llevar a cabo dicha

metodología se preparó una disolución de 5 mL de tetraisopropóxido de titanio (TTIP, Aldrich) en 5 mL de 2- propanol (Baker 99%), esta premezcla se agitó por 10 min hasta homogenizar. La solución resultante fue agregada gota a gota sobre una segunda premezcla de 5 mL acetil-acetona (AcAc, Sigma-Aldrich) en 30 mL de ácido nítrico 0.2 M (HNO_3 Merck, 65%). La combinación resultante se agitó continuamente durante 12 h. Por último, se añadieron 5 mL de trietilamina (Merck) (como precursor de nitrógeno) y se agitó hasta obtener un sol-gel amarillo translúcido estable.

Las espumas de CVR se sumergieron en el sol-gel de N-TiO₂ y se sometieron a vacío durante 15 minutos para garantizar una distribución uniforme dentro de los poros. A continuación, se centrifugaron a 600 rpm durante 15 s para eliminar el exceso de sol-gel de las superficies de CVR. Posteriormente, las espumas se secaron a 90 °C durante 15 min. Todos los pasos mencionados se repitieron tres veces para obtener tres capas de N-TiO₂. Una vez realizado el recubrimiento los CVR/N-TiO₂ se llevaron a un tratamiento hidrotérmico en autoclave a 17 psi durante 4 horas. Por último, las muestras de CVR/N-TiO₂ se sinterizaron a 400 °C en un horno tubular y bajo atmósfera de nitrógeno (0,95 L/min) durante 1 hora, utilizando una rampa de calentamiento de 5 °C/min.

2.3.3 Análisis de las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ a Través de Microscopía SEM-EDS y BET

La morfología de las muestras de CVR y CVR/N-TiO₂ se caracterizó mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) con espectroscopía de rayos X de energía dispersiva (EDS) utilizando un equipo FEI Quanta 650 FEG. La superficie específica (SSA) del CVR/N-TiO₂ en 3D se calculó mediante análisis de adsorción/desorción de N₂ utilizando el método de Brunauer-Emmett-Teller (BET), cuyo rango de aplicación se ajustó según el criterio de consistencia de la transformada de Rouquerol. Con el objetivo de eliminar cualquier contaminación o humedad residual, las muestras de CVR/N-TiO₂ se desgasificaron previamente en dos rampas de temperatura: Una a 120 °C durante 2 h y otra a 350 °C durante 6 h a 6 Pa, en un equipo Vac Prep 061, Micromeritics. Las isothermas de

adsorción de nitrógeno se registraron a 77 K en un instrumento Micromeritics 3FLEXTM en un rango de presión relativa (P/P01) entre 0.0025 y 0.9999. El análisis de datos se realizó con el software 3FLEX V.4.03.

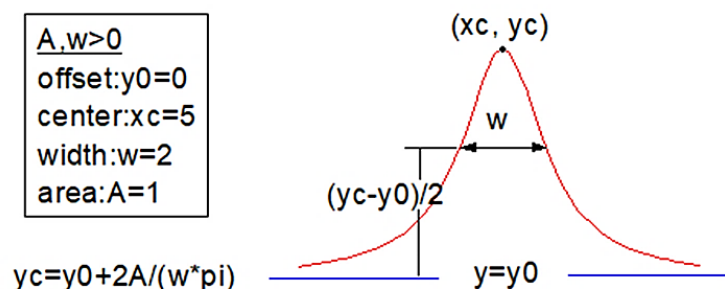
2.3.4 Análisis de Composición Molecular, Estructura amorfa y Composición Elemental

Las espumas tridimensionales de CVR y CVR/N-TiO₂ se pulverizaron para su análisis mediante espectroscopia de absorción infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) usando un instrumento IR Cary 630 en el intervalo de longitud de onda de 650 cm⁻¹ a 4000 cm⁻¹, utilizando la técnica del disco prensado de KBr. Los análisis de espectroscopia Raman (Thermo Scientific, 532 nm) se realizaron con el fin de identificar formas alotrópicas de carbono, incluidos el grafito y el carbono amorfo, así como para validar la existencia de grupos funcionales y confirmar la presencia de distintas fases del TiO₂, como la anatasa y el rutilo (Tian et al., 2012).

Para determinar la relación entre las intensidades de las señales de estructura gráfica y amorfa se calculó la relación I_D/I_G, utilizando el modelo de Lorenz, este modelo ofrece mayores ventajas respecto al modelo de Gauss; por ejemplo, el modelo de Lorenz corrige errores de ruido típicos en los carbones con mayor precisión que otros modelos, haciendo una relación entre el ancho de la señal del espectro original y el segmento espectral analizado, lográndose así mayor nitidez y coherencia en las deconvoluciones (Le et al., 2022). El modelo utilizado para las deconvoluciones se muestra en la [Figura 6](#).

Figura 6

Representación de modelo de Lorentz utilizado en la deconvolución de los espectros Raman.



$$y = y_0 + \frac{2A}{\pi} \frac{w}{4(x - x_c)^2 + w^2}$$

Nota. Modelo tomado de la deconvolución realizada en el programa Origin 2025.

Los análisis de difracción de rayos X (DRX) se llevaron a cabo en un equipo D8 Advance (Bruker) en el rango angular 10-70°/2θ utilizando radiación Cu Kα (40 kV, 20 mA). Los análisis DRX sirvieron para determinar la estructura amorfa del CVR y las fases cristalinas presentes en el CVR/N-TiO₂. Por su parte, la determinación de la composición química del CVR y del CVR/N-TiO₂, se realizó mediante análisis de espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS) empleando un instrumento Thermo Scientific K-Alpha. En todos los espectros se utilizó C1s (284,8 eV) como referencia de compensación de carga (Vazquez et al., 2020).

2.3.5 Análisis Electroquímicos, Mediciones de Potencial Zeta y pH

Los análisis electroquímicos se realizaron utilizando un potenciostato-galvanostato (Autolab M204) en una configuración de celda de tres electrodos. El electrodo de referencia era Ag/AgCl (3 M NaCl), con una barra de grafito como contraelectrodo. Los electrodos de trabajo eran espumas CVR y CVR/N-TiO₂. Para evaluar la superficie electroquímicamente activa (ECSA), se utilizó como

electrolito una solución de Na_2SO_4 (0.5 M), pretratada con burbujeo de N_2 para eliminar el oxígeno. Los análisis se realizaron dentro de una ventana de potencial de 0.0 V a 0.5 V, con un rango de corriente de 100 μA . El sistema se evaluó a velocidades de barrido de 0.005 V/s, 0.01 V/s, 0.015 V/s, 0.02 V/s, 0.03 V/s, 0.04 V/s y 0.06 V/s.

Para los análisis del potencial de circuito abierto (OCP), se utilizó NaNO_3 (0.1M) a pH 2.4 y NaNO_3 (0.1M) + NM (10 mg/L) a pH 2.4 como electrolito de soporte para analizar la recombinación del par electrón-hueco y el comportamiento de los portadores de carga de los CVRs y CVR/N- TiO_2 . El sistema se mantuvo en completa oscuridad durante 60 min hasta alcanzar el equilibrio de adsorción. A continuación, se irradió con luz visible utilizando una lámpara de luz visible de halogenuros de 150W/842 Phillips con bloqueo UV.

Los análisis de potencial zeta se llevaron a cabo utilizando un instrumento ZETA METER 3.0+ exponiendo el CVR/N- TiO_2 a soluciones con diferentes valores de pH (2.5, 3.5, 4.0, 5.0 y 7.0). El pH se ajustó con una solución acuosa de HNO_3 (2M) con el fin de determinar el punto isoeléctrico de las espumas de CVR/N- TiO_2 y caracterizar la carga superficial del material. Para estudiar los posibles cambios de pH en el proceso de adsorción/fotocatálisis, el CVR/N- TiO_2 se expuso a una solución de NM de 5 mg/L ajustando el pH a 2.5 con HNO_3 (0.8 M). El pH se monitorizó utilizando un pH-metro SI Analytics Lab 855 durante 30 min en la oscuridad y 120 min de irradiación con luz visible.

2.3.6 Medición de Ángulo de Contacto y Análisis de Adsorción de NM

El ángulo de contacto se analizó en un equipo de forma de gota KRÜSS- DSA25 utilizando el software ADVANCE. Las pruebas se realizaron en espumas CVR y CVR/N- TiO_2 en contacto con

agua desionizada (sin NM) y soluciones de NM (5 mg/L a pH 2.5). Las pruebas se realizaron a temperatura ambiente.

Los experimentos de adsorción consistieron en sumergir el CVR/N-TiO₂ en una solución acuosa de 25 mL de NM a una concentración de 5 mg/L y pH 2.5. El pH de la solución se ajustó con HNO₃ (0.8 M). La acidificación se consideró teniendo en cuenta que en los procesos de tinturación de fibras naturales, se utiliza un ajustes previo de acidificación para desgomar y limpiar las fibras para su posterior impregnación de color (chares & Muthiah, 2021). El sistema fue burbujeado con aire y agitado continuamente con el propósito de mejorar la difusión y las interacciones moleculares de la solución dentro de la estructura de las espumas.

El proceso de adsorción se llevó a cabo en la oscuridad durante 30 min, hasta alcanzar el equilibrio isotérmico. Las mediciones de absorbancia se realizaron utilizando un espectrofotómetro Thermo Scientific Evolution 220 UV-Vis con un rango de longitud de onda de 190 nm a 700 nm para monitorizar la concentración de NM en la solución.

2.3.7 Isotermas y cinética de Adsorción

Con el objetivo de evaluar las isotermas de adsorción, se empleó el método por lotes teniendo en cuenta que se adapta a los procedimientos de adsorción expuestos en este capítulo y que el método de lotes es el más reportado en la literatura (Piccin et al., 2017). Para dicho fin se utilizaron los modelos lineales y no lineales de Langmuir, Freundlich, Temkin y Dubinin-Radushkevich (DR). Las isotermas de adsorción obtenidas mediante el método discontinuo son valiosos para extraer información sobre el mecanismo de adsorción (quimisorción o fisisorción), la capacidad de adsorción del adsorbente y la afinidad del adsorbato por el adsorbente. Las ecuaciones 1, 2, 3 y 4 representan los modelos seleccionados para este estudio:

Isoterma de Langmuir:

$$\text{Modelo lineal } \frac{1}{q_e} = \frac{1}{K_l q_m} \cdot \frac{1}{C_e} + \frac{1}{q_m} \quad (1)$$

$$\text{Modelo no lineal } q_e = \frac{q_m K_l C_e}{1 + K_l C_e}$$

Isoterma Freundlich:

$$\text{Modelo lineal } \ln q_e = \ln K_F + \frac{1}{n} \ln C_e \quad (2)$$

$$\text{Modelo no lineal } q_e = K_F C_e^{1/n}$$

Isoterma DR:

$$\ln(q_e) = \ln(q_m) - \beta_\epsilon^2 \quad (3)$$

$$\epsilon = RT \ln \left(1 + \frac{1}{C_e} \right)$$

$$E_a = \frac{1}{\sqrt{2\beta}}$$

Isoterma Temkin:

$$\text{Modelo lineal } \ln q_e = \frac{RT}{b_T} \ln k_T + \frac{RT}{b_T} \ln C_e \quad (4)$$

$$\text{Modelo no lineal } q_e = \frac{RT}{b_T} \ln(k_T C_e)$$

Donde q_m (mg/g) es la capacidad máxima de adsorción de Langmuir, C_e (mg/L) es la concentración de equilibrio de la solución de colorante, q_e (mg/g) es la cantidad de colorante absorbido en equilibrio, K_l (L/mg) es la constante de afinidad de Langmuir y representa las energías de interacción; K_F (L/mg) es la constante de afinidad de Freundlich, n es la constante de linealidad

de Freundlich. K_T (L/mg) es la constante de equilibrio; β es la constante DR (mol^2/kJ^2), ε es el potencial de adsorción DR; E_a es la energía media de adsorción (J/mol), b_T es la constante de Temkin, R_T/b_T (J/mol) es el calor de adsorción (Chen, et al, 2019; Ghani et al., 2022; Mohammad et al., 2019).

Para llevar a cabo los análisis de cinética de adsorción, se evaluaron los modelos lineales de Lagergren de pseudo-primer orden y pseudo-segundo orden. Las ecuaciones 5 y 6 representan estos modelos:

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t \quad (5)$$

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e} \quad (6)$$

Donde q_e (mg/g) es la cantidad de NM adsorbida en CVR/N-TiO₂ en el equilibrio, q_t (mg/g) es la cantidad de MM adsorbida en CVR/N-TiO₂ en el tiempo t , k_1 (1/min), k_2 (g/mg min) son las constantes de velocidad para los modelos de pseudo-primer y segundo orden, respectivamente (Coşkun et al., 2019).

2.3.8 Análisis Fotocatalíticos

Para las pruebas fotocatalíticas se utilizó el mismo sistema que para los ensayos de adsorción, es decir, espumas CVR/N-TiO₂ sumergidas en 25 mL de una solución acuosa de NM a una concentración de 5 mg/L y pH 2.5. Inicialmente, el sistema se mantuvo oscuridad durante 30 min, hasta alcanzar el equilibrio isotérmico; posteriormente, el sistema se expuso a la luz visible durante 120 min mientras se mantenía la temperatura del sistema a 25°C, mediante un reactor de chaqueta con circulación continua de agua fría. La longitud de onda de absorción máxima para la NM (pH 2.5) fue de 505 nm. Las mediciones de absorbancia se realizaron utilizando un espectrofotómetro

Thermo Scientific Evolution 220 UV-Vis con un rango de longitud de onda de 190 nm a 700 nm para monitorizar la concentración de NM en la solución.

La detección de radicales hidroxilo ($\text{OH}\cdot$) se llevó a cabo utilizando ácido tereftálico (TA) (Aldrich, 98%) para producir ácido 2-hidroxiterftálico (2-TAOH). El procedimiento se basó en estudios previos (Jaramillo-Gutiérrez et al., 2020). Para esta prueba, se sumergió una espuma de CVR/N-TiO₂ en una solución acuosa de 25 mL que contenía NaOH (0.01 M) y ácido tereftálico (4 mM). El sistema se dejó equilibrar en la oscuridad durante 30 minutos. Tras alcanzar el equilibrio, se activó la lámpara de luz visible (Philips Halide UV-blocking visible light 150W/842) durante 3h adicionales y se monitorizó el sistema cada 30 min, tomando alícuotas que se analizaron mediante espectroscopia UV-Vis, la absorbancia medida fue en longitud de onda de 312 nm. Las alícuotas fueron regresadas al reactor de chaqueta tras cada medición.

Se realizaron ensayos de monitorización de secuestrantes de radicales hidroxilo, utilizando 0.5 mL de isopropanol (Merck, >98%). El isopropanol se introdujo en la solución de NM a una concentración de 5 mg/L y pH 2.4. A continuación, la solución se ajustó a un volumen total de 0.5 mL de isopropanol. El volumen total de solución fue 25 mL y se agitó magnéticamente durante 5 minutos; a continuación, se burbujeó aire y se sumergió una espuma de CVR/N-TiO₂ en la oscuridad durante 30 minutos hasta que se alcanzó el equilibrio. A continuación, el sistema se expuso a la luz visible con una lámpara Philips MHN-TO 150W/842 UV-Block durante 120 minutos más. Se utilizó espectrofotometría UV-Vis para analizar la absorbancia, lo que permitió determinar la concentración de NM a lo largo del tiempo.

2.3.9 Ciclos de Reúso

Los CVR/N-TiO₂ fueron sometidos a pruebas de adsorción-desorción en secuencia para evaluar el rendimiento del material en ciclos de reúso. En concreto, el CVR/N-TiO₂ se sometió a seis ciclos de adsorción-desorción. El proceso de adsorción se llevó a cabo sumergiendo el CVR/N-TiO₂ en una solución acuosa de 25 mL de NM a una concentración de 5 mg/L y pH 2.5. El pH de la solución se ajustó con HNO₃ (0.8 M). El sistema fue burbujeado con aire y agitado continuamente con el propósito de mejorar la difusión y las interacciones moleculares de la solución dentro de la estructura de las espumas. El proceso de adsorción se llevó a cabo en la oscuridad durante 30 min.

Para el proceso de desorción se utilizó etanol grado reactivo (> 98%). El volumen de etanol utilizado fue de 25 mL. El sistema se mantuvo a temperatura ambiente con agitación constante y burbujeo de aire. Se dejó desorber el CVR/N-TiO₂ durante 30 min, tomando alícuotas de 2.5 mL cada 5 min. Transcurrido el tiempo de desorción, la espuma se lavó con etanol para eliminar completamente los residuos de NM, después se lavó con agua desionizada para eliminar el exceso de etanol y se secó a 90°C durante 30 min. Tras el secado, las espumas se sometieron a nuevos ciclos de adsorción y desorción. Las mediciones de absorbancia se realizaron utilizando un espectrofotómetro Thermo Scientific Evolution 220 UV-Vis con un rango de longitud de onda de 190 nm a 700 nm para monitorizar la concentración de NM en la solución.

2.4 Resultados y Discusión

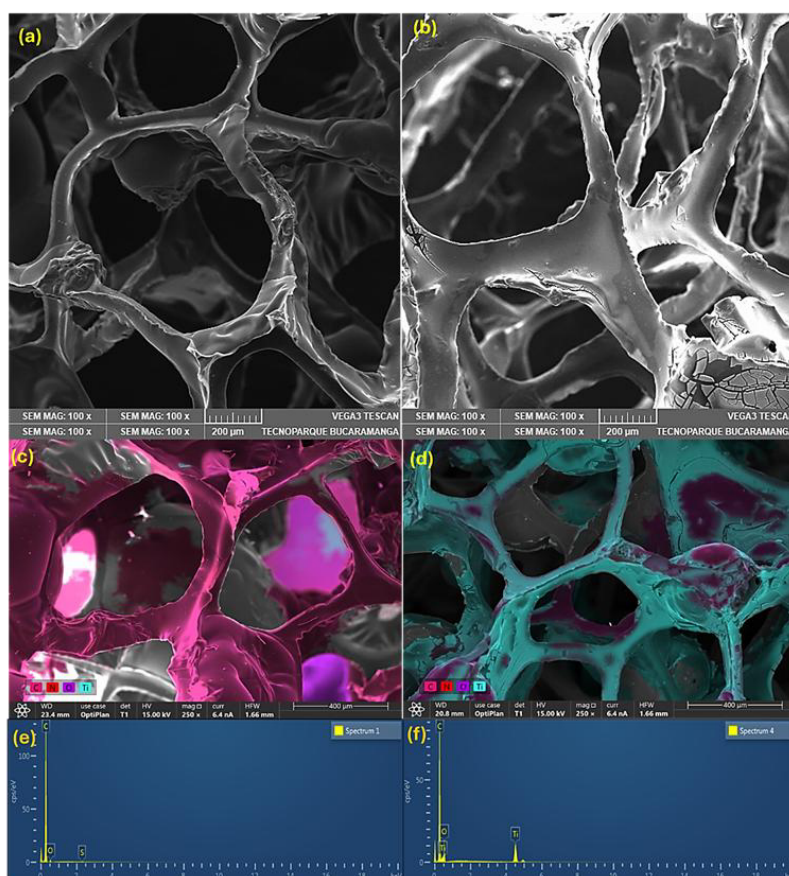
2.4.1 Caracterización morfológica (SEM-EDS)

Mediante las imágenes SEM se aprecia la estructura reticular en forma de panal de los CVR y CVR/N-TiO₂ y se corrobora la uniformidad del recubrimiento de N-TiO₂ en toda la superficie del CVR, manteniendo la porosidad cercana a los 30 ppi ([Figuras 7a y 7b](#)). Las [Figuras 7c y 7d](#)

evidencian las diferencias de composición atómica entre las espumas CVR sin recubrimiento y las espumas CVR recubiertas con N-TiO₂ a través del mapeo EDS, revelando la presencia de oxígeno (O), titanio (Ti), y carbono (C) en las espumas recubiertas; mientras que las espumas CVR solo exhibieron carbono (C) y oxígeno (O) por su parte, los espectros EDS (Figuras 7e y 7f) demuestra la presencia de Ti en el CVR/N-TiO₂ y su ausencia en el CVR. Estos resultados confirman que el recubrimiento de N-TiO₂ sobre las espumas de CVR fue adecuado, logrando un contacto íntimo entre ambos materiales, permitiendo explotar las propiedades fotocatalíticas del CVR/N-TiO₂ para su uso en la eliminación de colorantes en soluciones acuosas, como se mostrará más adelante.

Figura 7

Micrografías SEM-EDS realizadas a las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ obtenidas a partir de poliuretano y azúcar refinada.



Nota: Micrografías FESEM. (a) CVR a 100 x; (b) CVR/N-TiO₂ a 100 x. Micrografías FESEM-EDS (c) mapeo Ti a CVR; (d) mapeo Ti a CVR/N-TiO₂. EDS (e) CVR; (f) CVR/N-TiO₂.

2.4.2 *Análisis BET*

De acuerdo con el análisis BET, el CVR/N-TiO₂ 3D presenta una mayor superficie específica (SSA) que el CVR, con valores de 35 m²/g y 2 m²/g, respectivamente (Tabla 3), lo anterior se atribuye a la porosidad intrínseca del TiO₂ que incluye nanoporos, rugosidad y grupos funcionales como el -OH que favorece la adsorción, en la literatura al TiO₂ se le ha atribuido áreas BET entre los 50-200 m²/g, si se dispersa bien sobre el carbón la suma no es aditiva pero sí significativa; por lo tanto, aunque parece contradictorio que el CVR modificado presente mayor área superficial a pesar de que el volumen de poro disminuyó levemente y el tamaño de poro se duplicó, surge porque el BET refleja cambios en la química superficial y microporosidad, incluyendo las interacciones químicas específicas con el N₂ durante el análisis, no solo en la macroestructura de poros (Peiris et al., 2021).

Por su parte, de acuerdo con la clasificación IUPAC de isothermas de adsorción, el CVR y el CVR/N-TiO₂ corresponden a isothermas de tipo II (a) (Figura. 8a y 8b), lo cual representan una reversibilidad completa en la adsorción-desorción, cumpliéndose la primera condición para satisfacer una adsorción monocapa o multicapa estable en sistemas porosos (Rouquerol et al., 2013), lo cual confirma que el recubrimiento de N-TiO₂ puede mejorar las propiedades de adsorción del CVR.

Lo anterior resulta prometedor si se compara el CVR/N-TiO₂ de esta investigación con los CVR convencionales sintetizados a partir de procesos complejos que implican altas presiones (100 Pa), tiempos de secado de hasta 5 días y precursores como el furfurilo y el resorcinol, con un SSA

de aproximadamente $0.12 \text{ m}^2/\text{g}$ para 100 ppi (Walsh et al., 2016). Además, los resultados de la presente investigación son comparables a otros materiales particulados de carbono recubiertos de N-TiO₂ con SSA de $34 \text{ m}^2/\text{g}$ (Kumar et al., 2022).

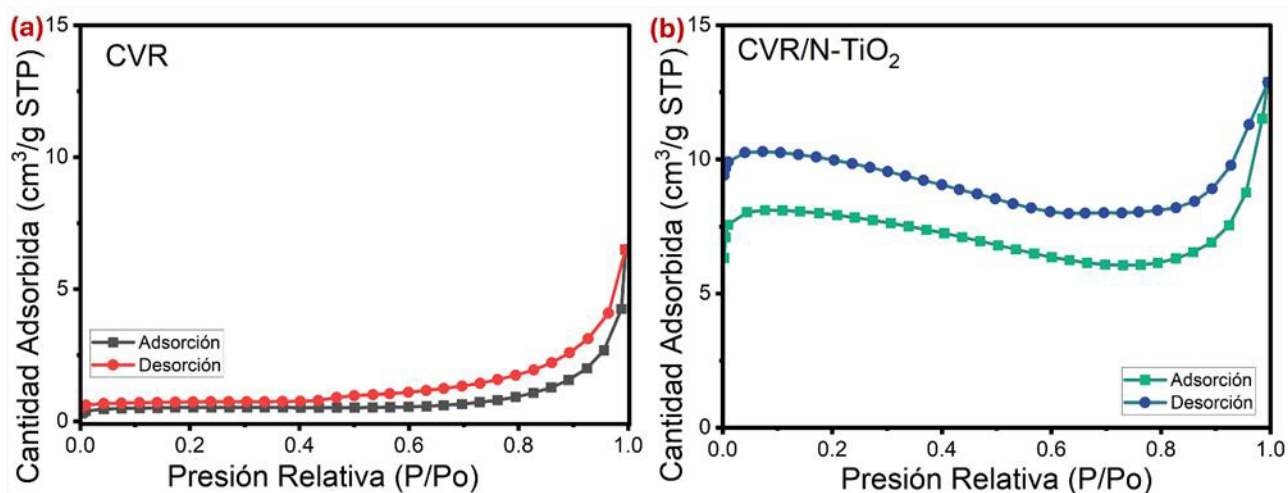
Tabla 3

Resultados BET realizados en espumas CVR y CVR/N-TiO₂.

Material	Área superficial BET (m^2/g)	Volumen de Poro (cm^3/g)	Tamaño de poro (nm)
CVR	2.0	0.0059	11.5
CVR/N-TiO ₂	35.0	0.0058	23.0

Figura 8

Isotermas obtenidas a través de modelo BET realizadas en espumas (a) CVR y (b) CVR/N-TiO₂.



2.4.3 Caracterización de composición molecular (FTIR)

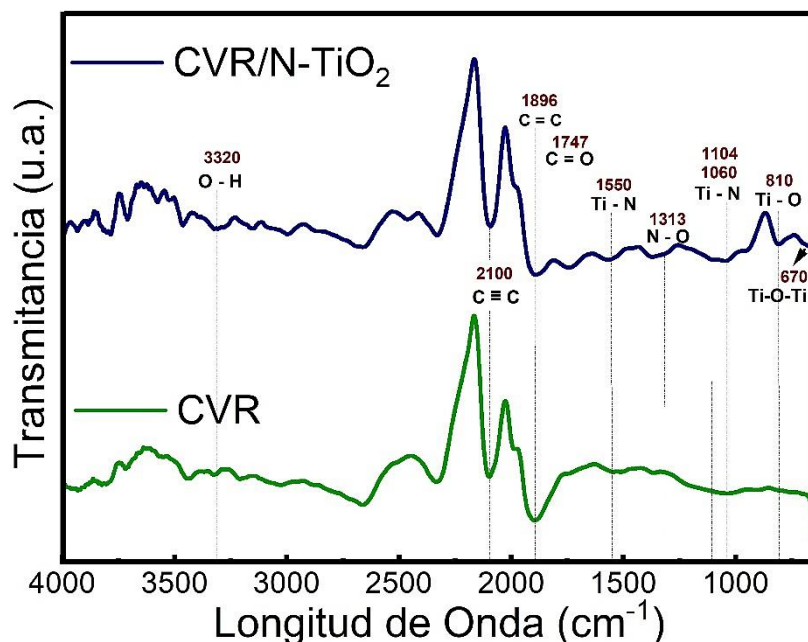
La Figura 9 muestra los espectros FTIR antes y después de recubrir el CVR con N-TiO₂. Las bandas a 3320 cm^{-1} indican vibraciones de estiramiento de los grupos O-H, atribuidas a los grupos hidroxilo generados durante el proceso de síntesis del material en presencia de agua. Mientras tanto,

las bandas a 2100 cm^{-1} y 1896 cm^{-1} representan vibraciones de estiramiento de los grupos $\text{C}\equiv\text{C}$ y la formación de compuestos carbonílicos con dobles enlaces ($\text{C}=\text{C}$), respectivamente, estas son características típicas de los materiales carbonosos (Nandiyanto et al., 2019). La banda a 1747 cm^{-1} en las espumas CVR/N-TiO₂ se asocia a las vibraciones de estiramiento de los grupos $\text{C}=\text{O}$, correspondientes a grupos alcano y carboxilato originados a partir de los precursores sol-gel de N-TiO₂, como el 2-propanol (Praveen et al., 2014).

Así mismo, tras el recubrimiento de CVR con N-TiO₂, se identificó la aparición de bandas en 1550 cm^{-1} , 1104 cm^{-1} y 1060 cm^{-1} . Estas bandas se atribuyen a las vibraciones Ti-N resultantes del dopaje con nitrógeno del TiO₂ (Huo et al., 2008; Yang et al., 2010). La banda de 1313 cm^{-1} está relacionada con las vibraciones de estiramiento del grupo N-O de NO_3^- y NO_2^- , atribuidas al precursor HNO_3 en la preparación sol-gel (Sanchez-Martinez et al., 2018). Las bandas en el espectro que van de 500 cm^{-1} a 1000 cm^{-1} están asociadas con las vibraciones de estiramiento de los enlaces Ti-O y Ti-O-Ti (Liang et al., 2014; Mohamed et al., 2019). Estos resultados son coincidentes con resultados SEM-EDS.

Figura 9

Análisis FTIR realizados a las espumas CVR y CVR/N-TiO₂.



2.4.4 Análisis de Espectroscopía Raman

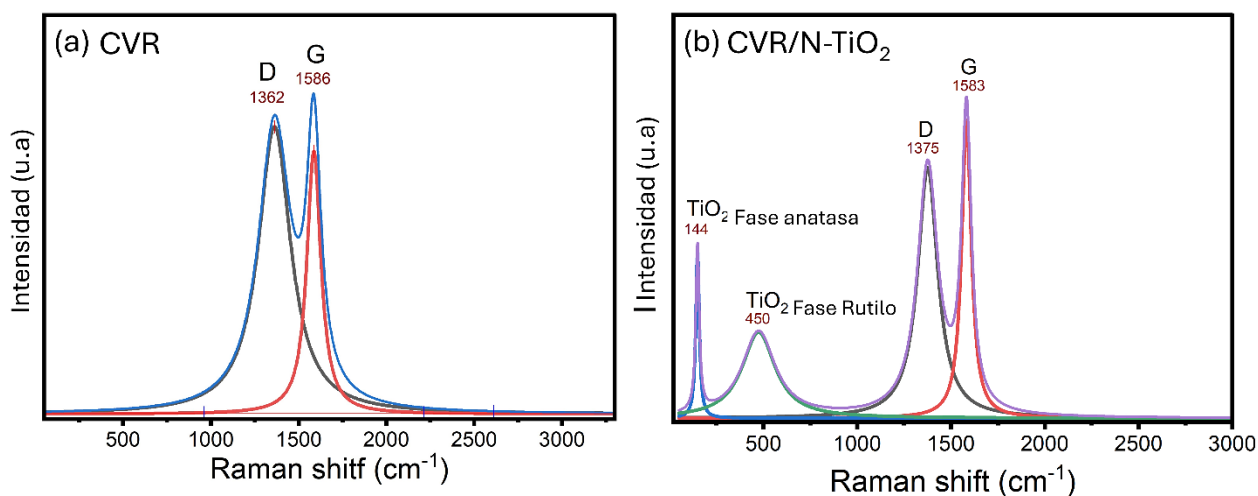
En la [Figura 10](#) se presentan los espectros Raman obtenidos para las espumas CVR y CVR/N-TiO₂, se observa que las bandas típicas de los CVR son evidentes en 1362 cm⁻¹ (banda D) y 1586 cm⁻¹ (banda G), como se muestra en la [Figura 10a](#). La banda D representa la forma amorfa o desordenada en la estructura del carbono (sp³), mientras que la banda G corresponde a vibraciones de estiramiento del enlace sp² del carbono grafitico (Vazquez et al., 2020). Estos resultados son los esperados, considerando que el tratamiento térmico del CVR no superó los 1000 °C. A esta temperatura, aún pueden ocurrir defectos estructurales o alteraciones del carbono (da Silva et al., 2020). Con respecto al CVR/N-TiO₂, la [Figura 10b](#) confirma la presencia de TiO₂ en las fases anatasa y rutilo en 144 cm⁻¹ y 450 cm⁻¹, respectivamente. Estas fases se encuentran comúnmente en TiO₂

dopado con N sometido a tratamientos hidrotérmicos y de temperatura de 400 a 1000°C (Hanaor & Sorrell, 2011; Sanchez-Martinez et al., 2018).

La relación de intensidad de las bandas I_D/I_G se calculó para evaluar el grado de orden estructural tanto en CVR como en CVR/N-TiO₂. Estas relaciones se obtuvieron deconvolucionando las bandas D y G utilizando el modelo de Lorentz (Vazquez et al., 2020). De acuerdo con los resultados, se obtuvo una relación I_D/I_G de 1.096 para CVR, mientras que se estimó una relación de 0.8173 para CVR/N-TiO₂. La relación I_D/I_G es un indicador valioso para materiales carbonosos, ya que está vinculada a defectos en el plano como dislocaciones, defectos puntuales y vacantes (Oishi et al., 2017). Por lo tanto, la disminución del valor I_D/I_G puede estar relacionada con el recubrimiento de tres capas de N-TiO₂ sobre el CVR, donde los defectos estructurales del carbono pueden superponerse, lo que resulta en una disminución de la banda ID (Li et al., 2019). La presencia de las bandas D y G junto con las fases anatasa y rutilo del TiO₂ en el espectro del CVR/N-TiO₂ muestra la fuerte interacción entre el CVR y el TiO₂.

Figura 10

Análisis Raman obtenidos de las espumas (a) CVR y (b) CVR/N-TiO₂.

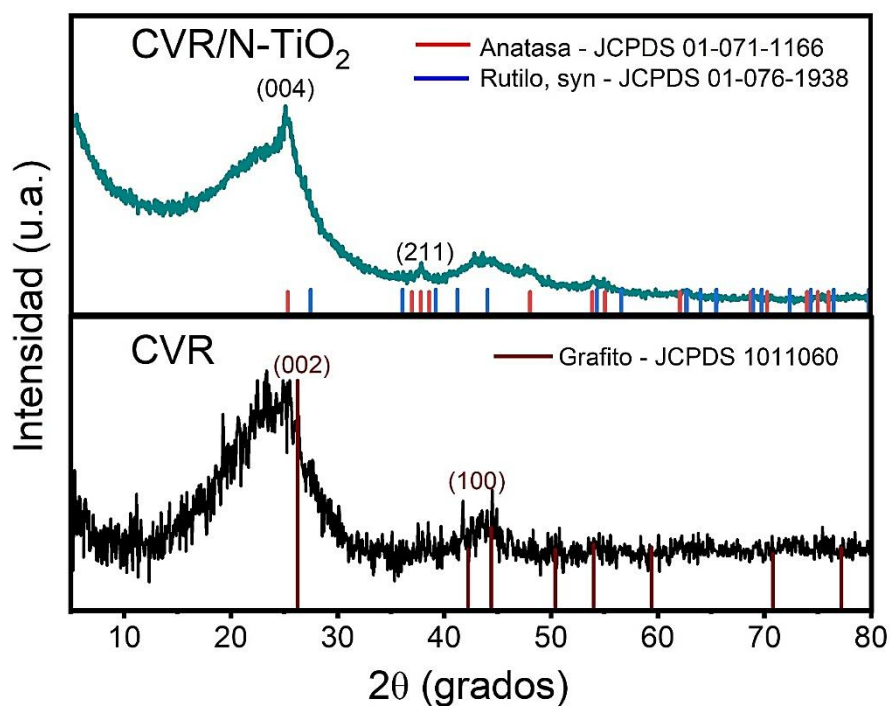


2.4.5 Composición de los CVR y CVR/N-TiO₂ (DRX)

La Figura 11 muestra los resultados de DRX para las espumas CVR y CVR/TiO₂. Para las espumas CVR, la presencia de picos a 24° y 44° representa los planos (002) y (100), respectivamente, correspondiente a la naturaleza turbostrática de los carbones amorfos. Estos planos son característicos de las estructuras CVR y surgen de la carbonización de las resinas poliméricas, que pueden producir estructuras de carbono desordenadas y grafiticas (da Silva et al., 2020). Para las espumas CVR/TiO₂, se observan picos a 25.3° (fase anatasa) y 54° (fase rutilo), indicando la presencia del TiO₂. Estos picos corresponden a los planos (004) y (211), respectivamente. (Jalali et al., 2020; Sanchez-Martinez et al., 2018). Estos resultados son consistentes con el análisis Raman.

Figura 11

Análisis DRX obtenidos de las espumas CVR (parte inferior) y CVR/N-TiO₂ (parte superior).

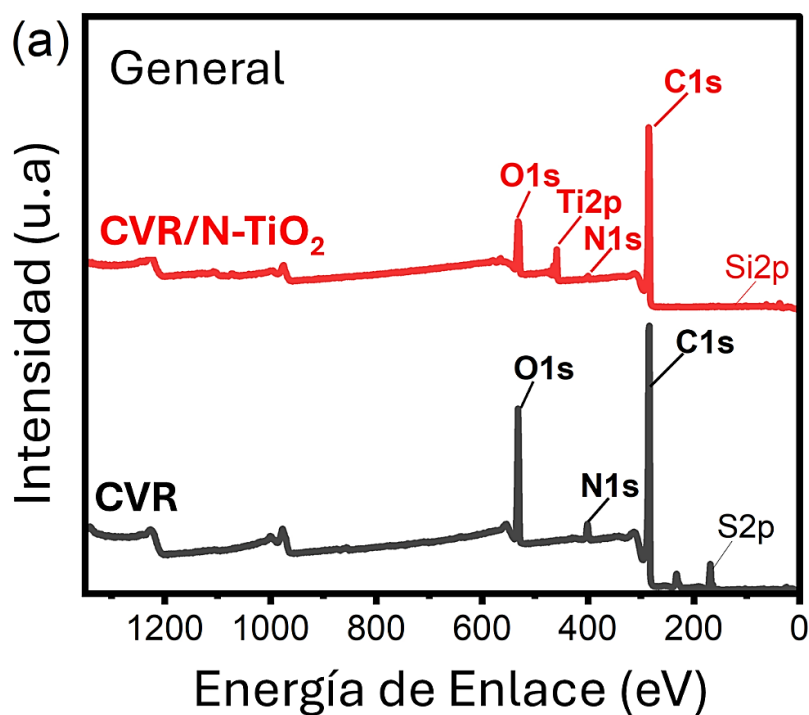


2.4.6 Composición Elemental de los CVR y CVR/N-TiO₂ (Espectroscopía XPS)

La caracterización elemental y los estados químicos de los átomos de C, O, Ti y N en los CVR recubiertos de TiO₂ dopado con N se realizaron mediante deconvolución de los espectros XPS utilizando el modelo de Gauss. La [Figura 12](#) muestra el espectro general para el CVR y CVR/N-TiO₂, en donde se observaron diferencias en la composición de las espumas especialmente en la ausencia de N y Ti en el CVR, confirmando la presencia de N y Ti en la superficie de las espumas recubiertas. La [Figura 13a](#) muestra el espectro C1s de alta resolución del CVR/N-TiO₂, donde los picos a 293 eV, 289 eV, 286.8 eV, 285.5 eV, y 284.4 eV corresponden a los grupos funcionales O-C=O, C=O, C-O, Csp³ y Csp², respectivamente (Vazquez et al., 2020).

Figura 12

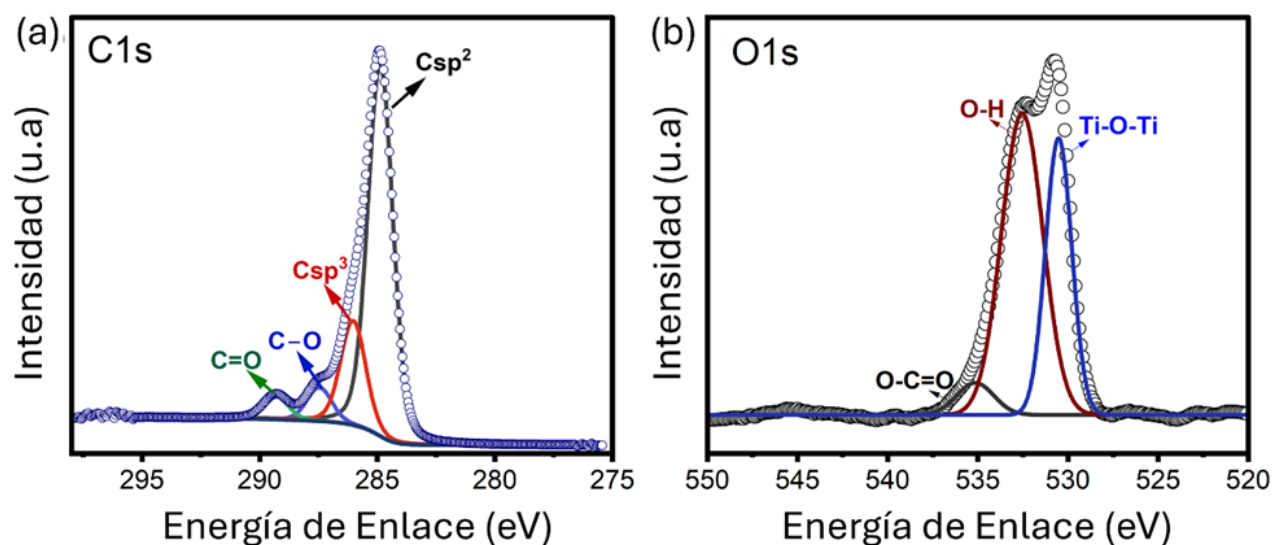
Resultados XPS obtenidos de las espumas CVR y CVR/N-TiO₂.



El espectro O1s del CVR/N-TiO₂ se presenta en la [Figura 13b](#), demostrando tres picos observados a 530,4 eV, 532,4 eV, y 534,9 eV, correspondientes a grupos Ti-O-Ti (Boscaro et al., 2019), grupos hidroxilo (O-H) y grupos carboxílicos (O-C=O), respectivamente (He et al., 2021). La presencia de grupos funcionales oxigenados puede aumentar la humectabilidad de los carbones, mejorando así su capacidad electroquímica y de eliminación de contaminantes (Skorupska et al., 2021).

Figura 13

Espectros XPS de alta resolución del CVR/N-TiO₂. (a) C1s y (b) O1s.



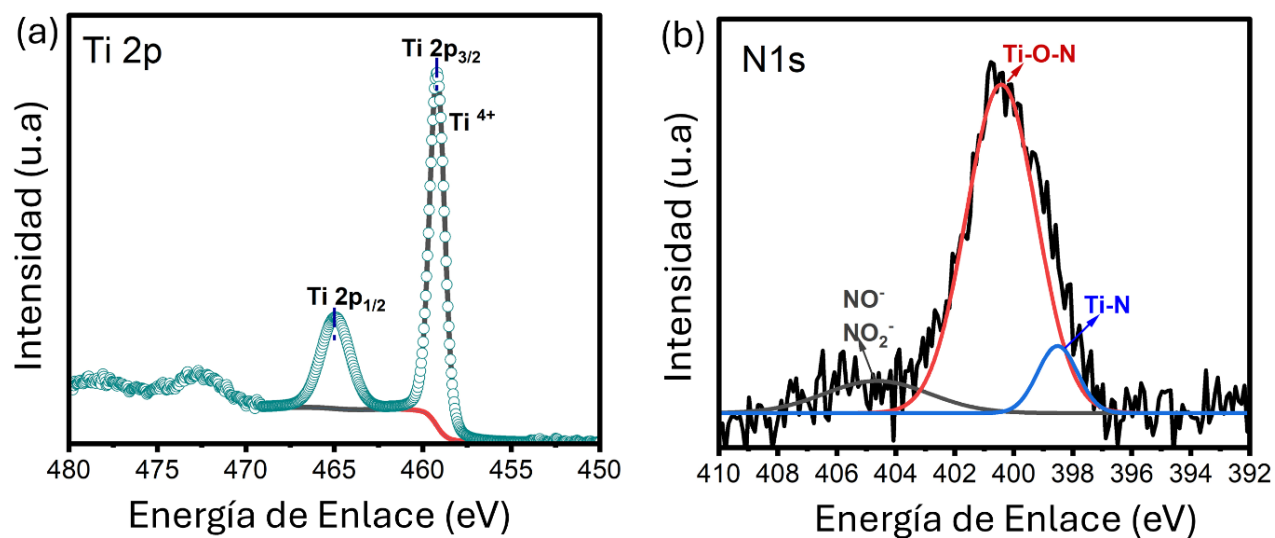
Para el Ti, el porcentaje dentro de la estructura CVR/N-TiO₂ se estimó en 6.35% (de acuerdo con la lectura de software CasaXPS), un valor coherente con la estequiometría del N-TiO₂, asumiendo una sustitución parcial de O por N (TiO_{2-x}N_x), se estima una proporción de 1:(2-x):x, donde x depende del grado de dopaje (Yang et al., 2007) (Ramanavicius & Ramanavicius, 2020). La [Figura 14a](#) representa el espectro de alta resolución del Ti2p, donde se muestra dos contribuciones a 465 eV y 459.1 eV, correspondientes al Ti 2p_{1/2} y Ti 2p_{3/2} del Ti⁴⁺ (Jia et al., 2018).

La presencia de N en la red de TiO_2 dopado suele desplazar ligeramente la especie Ti^{4+} hacia una mayor energía de enlace, como en este caso (Boscaro et al., 2019).

Finalmente, el espectro de N1s del CVR/N- TiO_2 se representa en la [Figura 14b](#), y muestra tres picos a 400.2 eV, 404.8 eV, y 398.4 eV. En la literatura (Sanchez-Martinez et al., 2018; Wang et al., 2023). los picos a ~ 398 eV se atribuyen al nitrógeno sustitucional de la red cristalina de TiO_2 , principalmente para los enlaces Ti-N, mientras que el pico a 400.2 eV corresponde a enlaces Ti-O-N, las señales a energías más altas, como 404.8 eV, se atribuyen a grupos NO^- y NO_2^- como especies absorbidas por los precursores de TiO_2 dopados con N (Xiong et al., 2023). Estos resultados confirman el dopado con N del TiO_2 y concuerdan con los resultados FTIR.

Figura 14

Espectros XPS de alta resolución del CVR/N- TiO_2 . (a) $\text{Ti}2p$ y (b) $\text{N}1s$.



2.5 Resultados Análisis Electroquímicos

El área electroquímicamente activa (ECSA, por sus siglas en inglés) se evaluó mediante el cálculo de capacitancia de doble capa (C_{dl}), a través de mediciones de voltamperometría Cíclica (VC). La C_{dl} es proporcional a la superficie del electrodo, porque corresponde a una propiedad que deriva de la interacción entre la interfaz del electrodo y el electrolito; lo anterior, permite el uso del C_{dl} para la determinación del área activa en procesos electroquímicos a través de la relación presentada en la [Ecuación 7](#) (Connor et al., 2020; Dmitriev & Tenevich , 2023):

$$ECSA = \frac{C_{dl}}{C_s} \quad (7)$$

Donde C_{dl} es la capacitancia de doble capa y C_s es la capacitancia específica; la capacitancia específica puede determinarse mediante el análisis de las voltamperometrías cíclicas (VC), integrando la corriente total en todo el rango de potenciales aplicado (incluyendo regiones faradaicas) y normalizando la carga total (obtenida de la integración) por el área geométrica del material o electrodo. Mientras que, la C_{dl} se calcula a partir de la corriente no faradaica (regiones en donde no ocurren reacciones electroquímicas), el cálculo de la C_{dl} se puede realizar mediante la relación expresada en la [Ecuación 8](#) (Connor et al., 2020; Dmitriev & Tenevich , 2023):

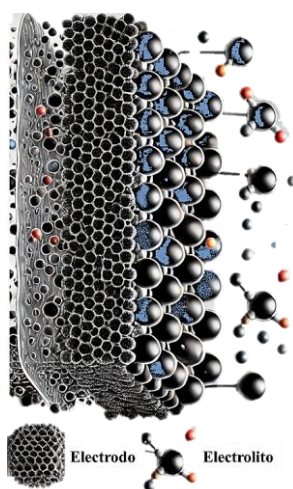
$$C_{dl} = \frac{i_c}{v} \quad (8)$$

Donde i_c es la corriente capacitiva (corriente no faradaica), C_{dl} es la capacitancia de doble capa y v es la velocidad de barrido. En la [Figura 15](#) se presenta un esquema de la capacitancia de la C_{dl} como una propiedad intrínseca en la superficie del material, en el esquema se simula la superficie del material carbonoso y la doble capa eléctrica que corresponde a la capa interna de iones fuertemente adsorbidos en la superficie del carbón y la capa externa de iones móviles de la solución

(balanceando la carga). Por todo lo anterior, la VC es una técnica que más allá de evidenciar reacciones de óxido-reducción, también es útil en la caracterización superficial de materiales.

Figura 15

Esquema de capacitancia de doble capa como propiedad intrínseca de la interacción entre la superficie del electrodo y el electrolito.



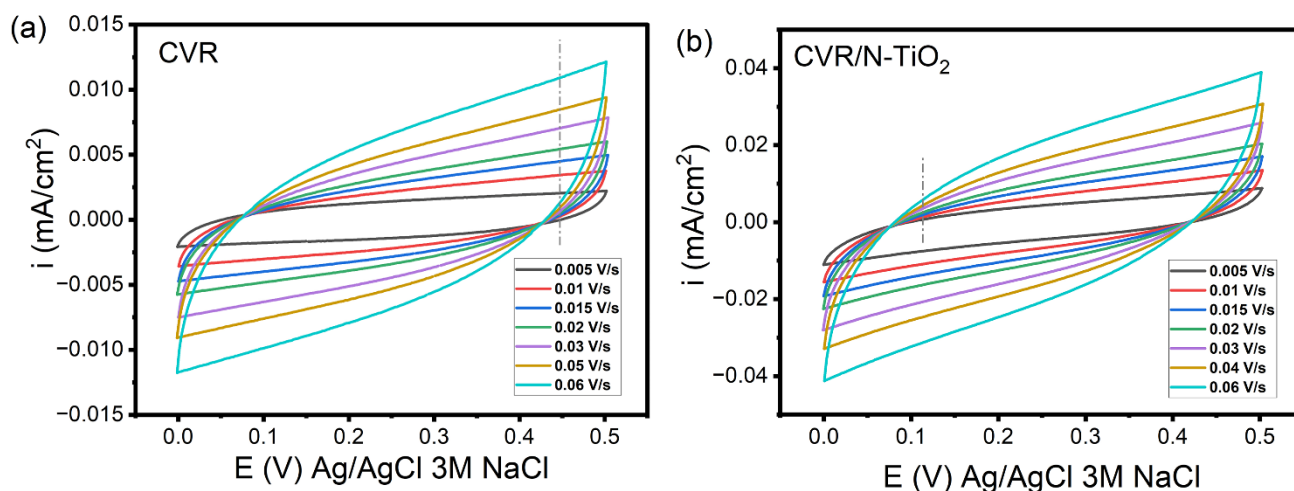
Nota. Imagen creada con inteligencia artificial utilizando DALL·E, Prompt: A scientific-style illustration of double-layer capacitance in a porous black foam, resembling aquarium foam, in a vertical orientation.

Se realizaron análisis de voltamperometría cíclica (VC) a diferentes velocidades de barrido. Los resultados de voltamperometría cíclica fueron normalizados (en cm^2) para estimar el área de superficie electroquímica (ECSA) midiendo la capacitancia de doble capa (C_{dl}). Dichos resultados se presentan en las Figuras 16a y 16b. La ECSA determinada para las espumas CVR fue de 3.83 cm^2 , con una capacitancia de doble capa de 0.01342 mF . Mientras tanto, la ECSA fue de 27.96 cm^2 con una capacitancia de doble capa de 0.09788 mF para la espuma CVR/N-TiO₂. Los resultados de ECSA obtenidos para los CVR y CVR/N-TiO₂ demostraron que el recubrimiento de N-TiO₂ mejora

la humectabilidad del sustrato de carbono asegurando el aprovechamiento de la estructura porosa. Lo anterior, resulta beneficioso para los procesos de remoción y degradación de colorantes, ya que el aumento de ECSA se ha relacionado directamente con la mejora de la actividad fotocatalítica, teniendo en cuenta que el área superficial contiene sitios activos donde se pueden favorecer las reacciones de adsorción y de oxidación-reducción para la eliminación de contaminantes (Song & Hu, 2014).

Figura 16

Mediciones de VC para la obtención del ECSA en las espumas de (a) CVR y (b) CVR/N-TiO₂.



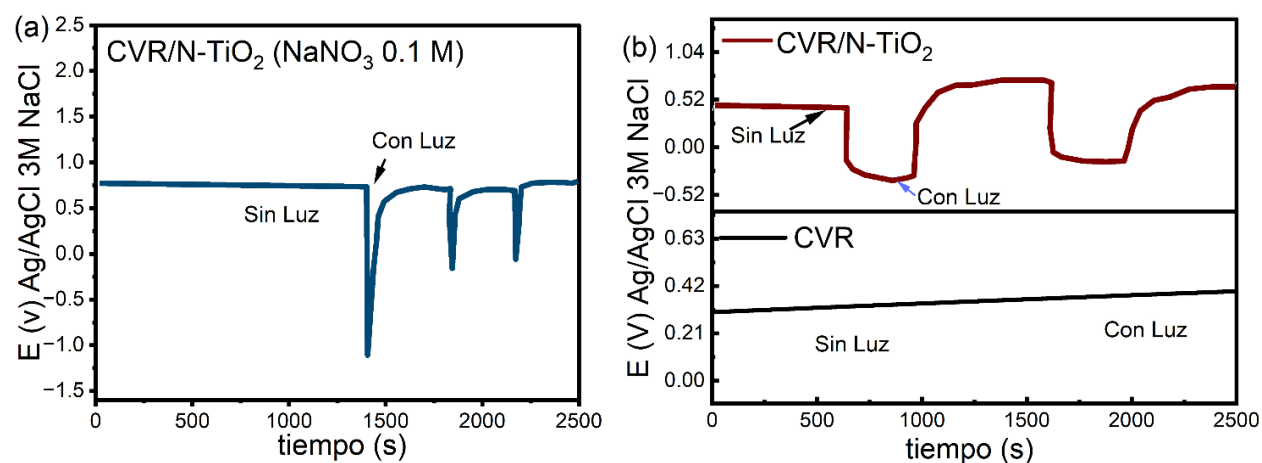
Los ensayos de potencial de circuito abierto (OCP) se realizaron para evaluar el comportamiento de recombinación de pares electrón-hueco de CVR y CVR/N-TiO₂ en presencia de NaNO₃ (0.1M) y NaNO₃ (0.1M) + NM (10 mg/L) a pH 2.4. Las Figuras 17a y 17b muestran la variación de potencial en el electrodo (CVR y CVR/N-TiO₂) al ser irradiado con luz visible. En la celda sin NM el potencial permanece constante hasta que se realiza la activación de luz y ocurre una disminución drástica que rápidamente vuelve a retomar un potencial de 0.80 ± 0.05 V; mientras que el OCP obtenido en presencia de NM demuestra que, al irradiar la celda con luz visible, el potencial disminuye hasta alcanzar un potencial de -0.31 ± 0.05 V que logra sostenerse en el tiempo, hasta

que le es suprimida la luz. Esto podría indicar que la recombinación de portadores de carga se retrasa en presencia de NM, ya que la oxidación del NM promueve la acumulación de electrones en la interfase CVR/N-TiO₂.

Esta respuesta electroquímica evidencia la viabilidad del N-TiO₂ para eliminar fotocatalíticamente NM en soluciones acuosas. En contraste, el OCP medido en el CVR sin recubrimiento no mostró ningún cambio en el potencial cuando se irradió con luz visible, confirmando que el recubrimiento de N-TiO₂ es responsable de la respuesta a la iluminación registrada para las espumas compuestas de CVR/N-TiO₂.

Figura 17

Análisis OCP con intermitencia de oscuridad e irradiación de luz de (a) CVR/N-TiO₂ en presencia de NaNO₃, (b) CVR en presencia de NaNO₃ (parte superior) y CVR/N-TiO₂ en presencia de NaNO₃ (0.1M) + NM (10 mg/L) a pH 2.4 (parte inferior).



Autores como Li et al. (2015); Ryu et al. (2015) y Peiris et al. (2021), describieron que la combinación de materiales carbonosos con TiO₂ tiene un efecto sinérgico en la actividad fotocatalítica del TiO₂ porque el contacto cercano entre los dos materiales bajo irradiación de luz promueve que los electrones fotogenerados de la banda de conducción (CB) del TiO₂ se transfieran

fácilmente al carbono donde se puede reservar electrones y mejorar la separación de cargas fotoinducida, retrasando la recombinación de pares electrón-hueco. Asimismo, la combinación de carbono y TiO_2 obtenida por sol-gel contribuye a la degradación del NM debido al efecto fotosensibilizador del carbono (Khalid et al., 2017).

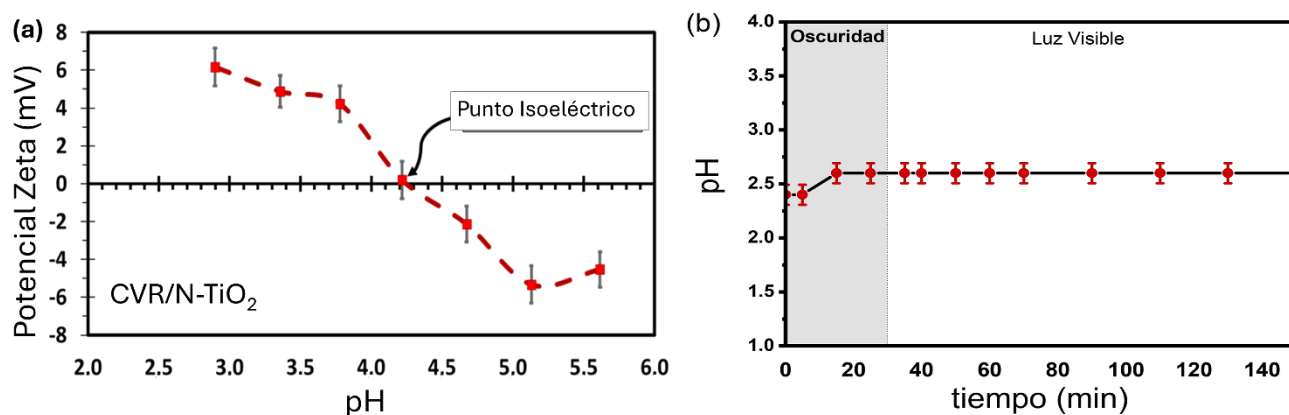
Los análisis de potencial zeta realizados en CVR/N- TiO_2 se muestran en la [Figura 18a](#). De acuerdo con los resultados, el potencial zeta fue de $-4.53 \text{ mV} \pm 0.93$ y el punto isoelectrico de CVR/N- TiO_2 se encuentra a pH 4.25. Esto implica que a valores de pH inferiores al punto isoelectrico ($\text{pH} < 4.25$) se producirá protonación en la superficie. Por el contrario, cuando el pH de la solución es superior al punto isoelectrico ($\text{pH} > 4.25$), el material se carga negativamente debido a la desprotonación de la superficie. Según este resultado, las soluciones ácidas podrían favorecer la interacción electrostática con el NM gracias al carácter aniónico de este colorante (Zhu et al., 2015).

Con el fin de complementar los resultados de potencial Zeta, se realizó una prueba de seguimiento del pH de la solución de NM en contacto con una espuma CVR/N- TiO_2 en oscuridad y bajo iluminación. En la [Figura 18b](#) se presentan los resultados del seguimiento del pH durante 30 min de oscuridad seguidos de 120 min de exposición a luz visible. Durante los 15 min iniciales, se observó un ligero aumento del pH, probablemente atribuido a la protonación de la superficie del adsorbente (Sarfo et al., 2023).

Sin embargo, tras alcanzar el equilibrio, el pH permaneció constante incluso bajo irradiación de luz visible. Esto confirma que el CVR/N- TiO_2 no tiene presencia de grupos funcionales que puedan alterar la acidez de la solución de NM, favoreciendo las interacciones electrostáticas de atracción entre la superficie cargada positivamente y el NM, dado que el NM es un colorante aniónico debido su grupo $-\text{SO}_3^-$. (Zhang et al., 2023).

Figura 18

Análisis de punto isoeléctrico mediante potencial zeta y seguimiento de pH. (a) potencial Zeta; (b) seguimiento de pH bajo oscuridad e irradiación de luz visible.



2.6 Adsorción de NM mediante espumas de CVR y CVR/N-TiO₂

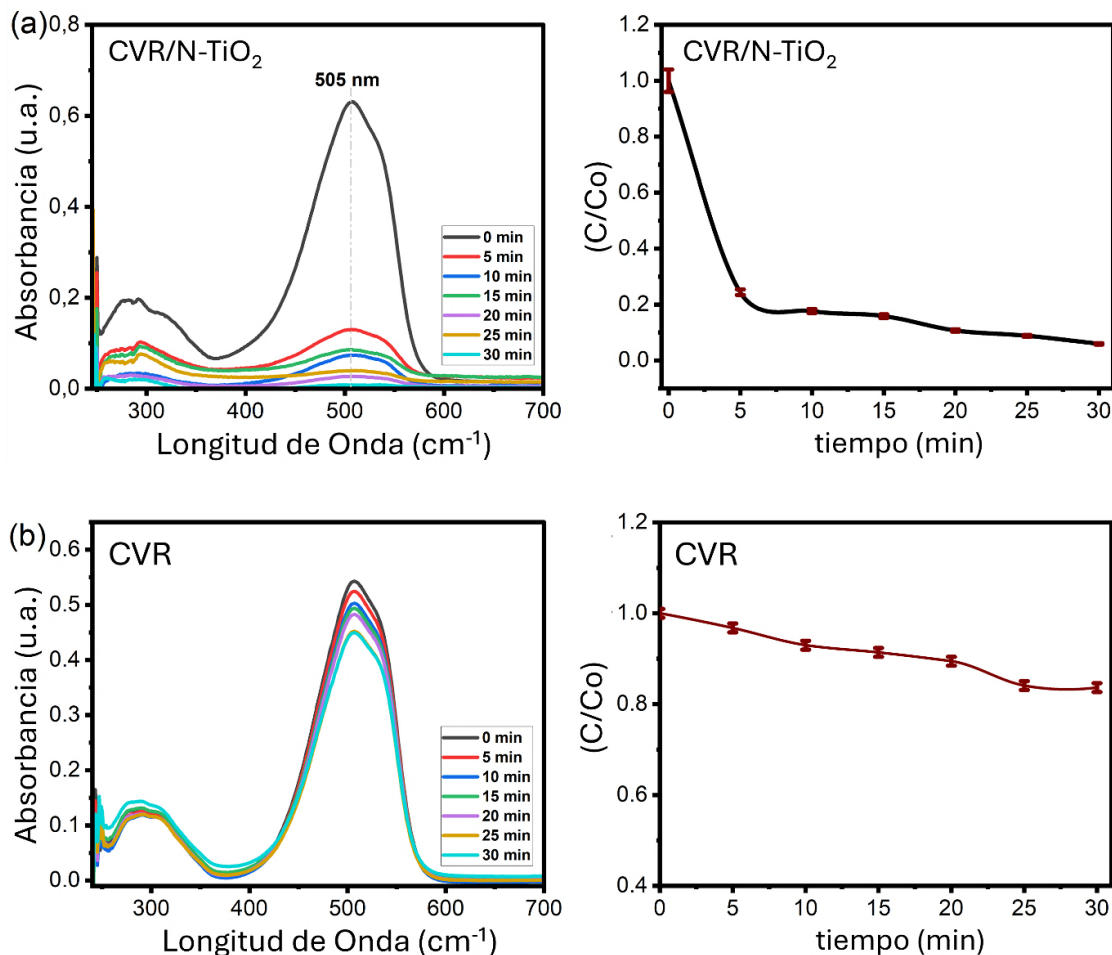
Los CVR y CVR/N-TiO₂ se sometieron a pruebas de adsorción de NM en ausencia total de luz, con el objetivo de corroborar la capacidad adsorbente del carbón antes y después de ser recubierto. La [Figura 19](#) muestra los espectros de adsorción de NM (5 mg/L). De acuerdo con los resultados el CVR/N-TiO₂ demuestra una capacidad de adsorción superior al 90% en los primeros 10 min ([Figura 19a](#)), como indica el drástico detrimento de la absorbancia de NM en la solución, lo cual confirma la fuerte interacción entre el adsorbente y el adsorbato (Zhang et al., 2023). Por el contrario, la adsorción realizada con el CVR sin recubrimiento no superó el 19 % de remoción del NM ([Figura 19b](#)).

La poca eficiencia de adsorción en los CVR puede deberse a que el recubrimiento de N-TiO₂ proporciona propiedades fisicoquímicas adicionales a través de grupos funcionales como O-H, C=O, N-O, que mejoran la hidrofiliidad y la interacción química entre el NM y la espuma de CVR

recubierta, la combinación de estos dos factores resulta en una adsorción drásticamente mejor (Skorupska et al., 2021).

Figura 19

Espectros de absorbancia y curvas de cinética de adsorción. (a) CVR/N-TiO₂ y (b) CVR.



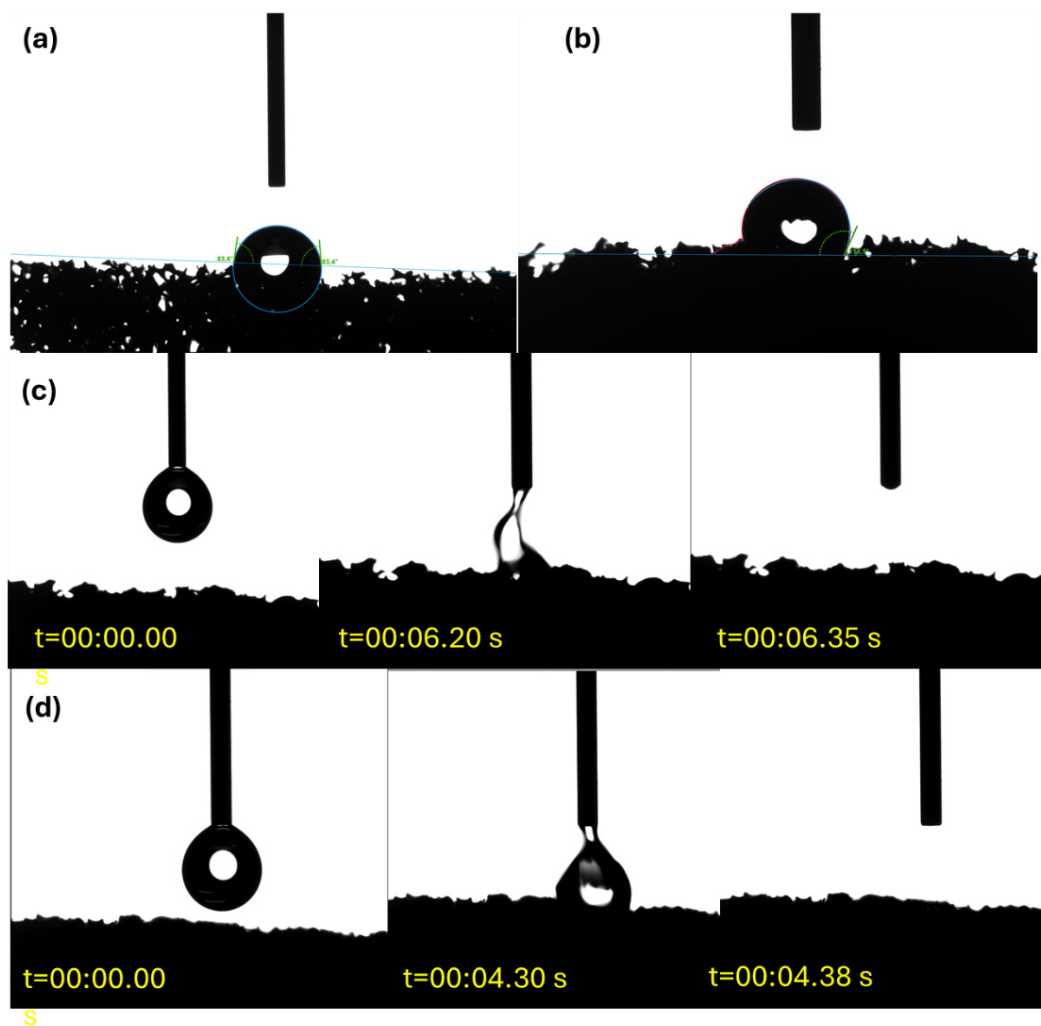
Según los resultados del ángulo de contacto ([Figura 20](#)), el CVR/N-TiO₂ demuestra una mayor hidrofiliicidad en presencia tanto del agua sin NM como en la solución acuosa de NM (5 mg/L), en comparación con el CVR sin recubrimiento. En las [Figuras 20a y 20b](#), se observa que los ángulos de contacto más altos (83.6° y 98.4°) se registraron para el CVR en ausencia y presencia de NM (5 mg/L), respectivamente. Estos resultados concuerdan con los reportados por autores como

Pavese et al. (2008) y Li et al. (2015), quienes describieron que los materiales carbonosos suelen presentar ángulos de contacto cercanos, e incluso superiores a 90° . Por el contrario, el ángulo de contacto en las espumas CVR/N-TiO₂ fue de 0° (Figuras 20 c y 20d), tras una rápida adsorción en presencia de agua y de NM en solución acuosa.

Este comportamiento puede atribuirse a que el recubrimiento de N-TiO₂ proporciona un mayor número de sitios activos y grupos funcionales derivados de su síntesis (como se presentó en los resultados de FTIR, XPS y ECSA), que influyen en las propiedades electrostáticas de la superficie del CVR, facilitando su interacción con moléculas de agua y favoreciendo la descontaminación de efluentes con presencia de colorantes (Basavarajappa et al., 2020; Wang et al., 2023).

Figura 20

Ángulo de contacto. (a) CVR en presencia de agua, (b) CVR en presencia de NM, (c) CVR/N-TiO₂ en presencia de agua (d) CVR/N-TiO₂ en presencia de NM.



2.6.1 Isotermas de adsorción

Los resultados experimentales y de modelización de isotermas de adsorción se muestran en la [Figura 21](#). Los resultados experimentales exhibieron un comportamiento lineal ([Figura 21a](#)), demostrando una relación directamente proporcional entre la cantidad de NM adsorbida por el CVR/N-TiO₂ (q_e) y la concentración de equilibrio de NM (C_e). Lo anterior describe una adsorción

eficiente y predecible que favorece la descontaminación del agua, lo que concuerda con los resultados obtenidos para la adsorción de NM sobre CVR/N-TiO₂. Por otro lado, Langmuir y DR no se ajustaron a los modelos lineales; su representación no lineal se muestra en las Figuras 21b y 21e, respectivamente. Para estos dos modelos, la relación entre adsorbato y adsorbente no es proporcional, descartando la adsorción monocapa descrita por el modelo lineal de Langmuir y la adsorción a través de superficies heterogéneas con energía gaussiana descrita por DR (Agarwala & Mulky, 2023).

La isoterma de Temkin tuvo un R^2 de 0.693 en el ajuste lineal (Figuras 21d); por lo tanto, el potencial calorífico no ejerce una reacción predominante en el proceso de adsorción del NM en la superficie del CVR/N-TiO₂ (Ghani et al., 2022). El sistema se ajustó al modelo de Freundlich (Figuras 21c) con un $R^2 \sim 0.97$. Los parámetros para las isotermas de Langmuir, Temkin y DR se presentan en la Tabla 4.

Un sistema de adsorción que se ajuste al modelo de Freundlich se caracteriza por la heterogeneidad, sobre todo en los sistemas porosos. Esto significa que no todos los sitios activos son idénticos, la adsorción se produce en múltiples capas, la capacidad de adsorción aumenta con el incremento de la concentración del adsorbato y tiene sitios de adsorción altamente selectivos y específicos. Este modelo permite comprender la distribución exponencial de los sitios complejos y sus respectivas energías (Jawad et al., 2020). Se encontró un $n > 1$ para la NM adsorbido en las espumas CVR/N-TiO₂, un valor de n entre 1 y 10 se relaciona con una adsorción adecuada, donde el equilibrio entre la afinidad por el NM y la capacidad de retención del colorante es ideal, para este caso el valor de n fue de 2.237; adicionalmente, un $n > 1$ se considera fisisorción como mecanismo de adsorción y si $n < 1$ se considera quimisorción; por lo tanto, para este caso el mecanismo predominante, de acuerdo con el modelo de Freundlich, es fisisorción (Misran et al., 2022).

Respecto a la isoterma DR los resultados mostraron un E_a de 3.276 KJ/mol, cuando E_a es inferior a 8 KJ/mol la adsorción se considera física, y la afinidad entre adsorbente y adsorbato se debe principalmente a fuerzas electrostáticas (Al-Shehri et al., 2023; Elkholy et al., 2023). De acuerdo con el modelo experimental la adsorción máxima del CVR/N-TiO₂ fue de 7.41 mg/g, esta adsorción es comparable a la de otros materiales compuestos como quitosano/PVA/Na-titanato/TiO₂ con una adsorción de 6.860 mg/g (Iwuozor et al., 2021).

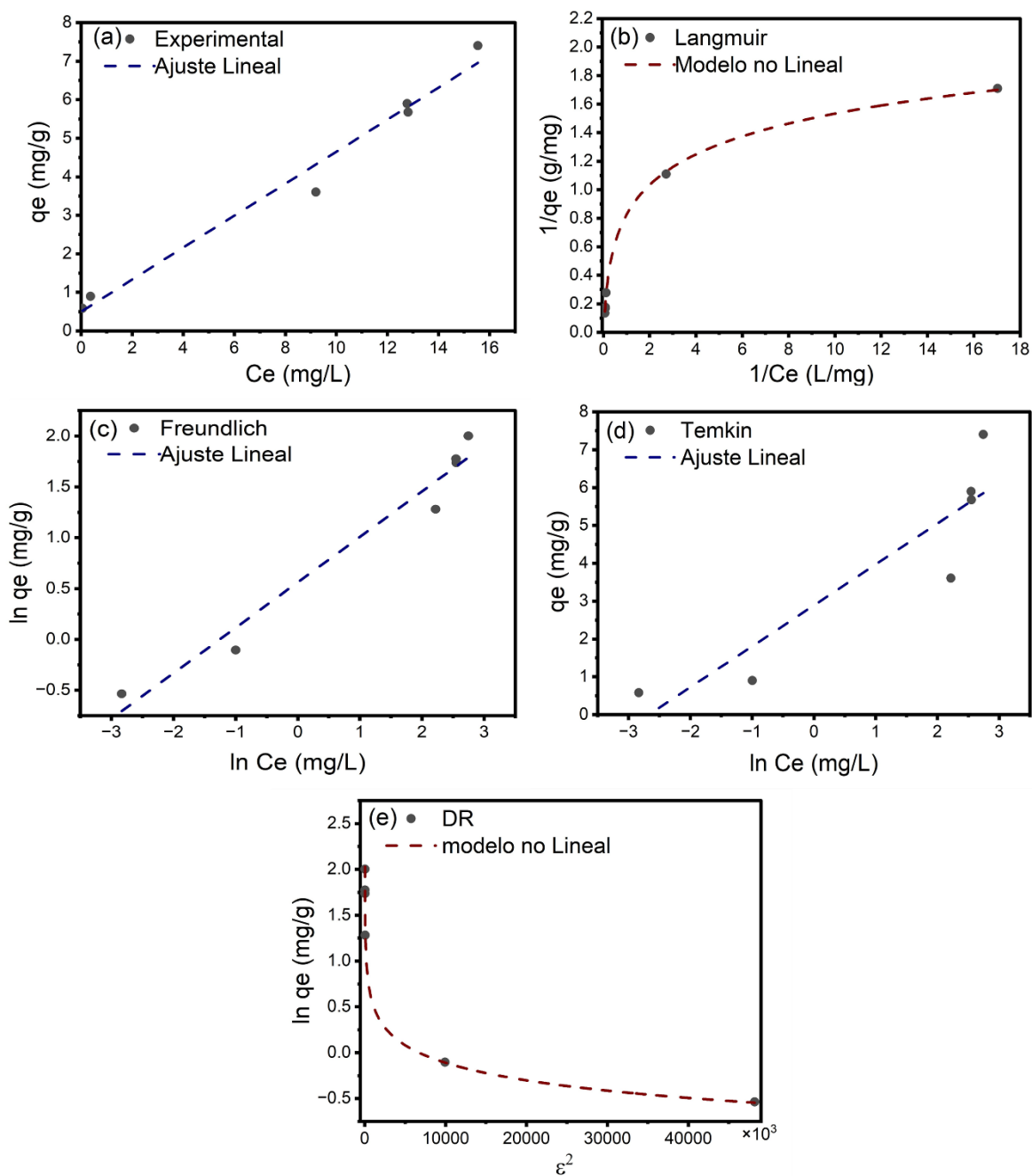
Tabla 4

Parámetros obtenidos a partir de los modelos de isotermas de Langmuir, Freundlich, Temkin and DR.

Modelo	Parámetro	Valor	R ²
Langmuir	q_m (mg/g)	3.305	0.816
	K_l (L/mg)	3.446	
Freundlich	K_F (L/mg)	1.753	0.965
	N	2.237	
Temkin	A (L/mg)	14.489	0.830
	B_t	2.221	
DR	q_m (mg/g)	3.276	0.693
	E_a (KJ/mol)	4.384	

Figura 21

Isotermas de adsorción de NM sobre CVR/N-TiO₂. (a) experimental, (b) modelo de Langmuir, (c) modelo de Freundlich, (d) modelo de Temkin, (e) modelo de Dubinin-Radushkevich (DR).



2.6.2 Cinética de adsorción

En las Figuras 22a y 22b se presentan los resultados de la cinética de pseudo-primer y pseudo-segundo orden, respectivamente. El sistema de adsorción de NM sobre CVR/N-TiO₂ se ajusta al modelo lineal de pseudo-segundo orden, donde el q_t calculado es muy cercano al q_t experimental dando como resultado un R^2 de 0.998 (ver Tabla 5); mientras que la cinética de pseudo-primer orden que no sigue un comportamiento lineal. Cuando un sistema de adsorbato y adsorbente se ajusta al modelo cinético de pseudo-segundo orden, la velocidad de reacción depende del número de sitios activos y de la concentración de adsorbato. Este resultado cinético es común para materiales que adsorben naranja de metilo (Krishnappa et al., 2022). Lo anterior concuerda con los resultados cinéticos del sistema NM en CVR/N-TiO₂ (Figura 19a), en donde se observó en la curva cinética un cambio de la pendiente a través del tiempo, directamente relacionado con la disminución del colorante en la solución.

Figura 22

Cinéticas de adsorción de pseudo-primer y pseudo-segundo orden obtenidas de los CVR/N-TiO₂.

(a) pseudo primer-orden y (b) pseudo-segundo orden.

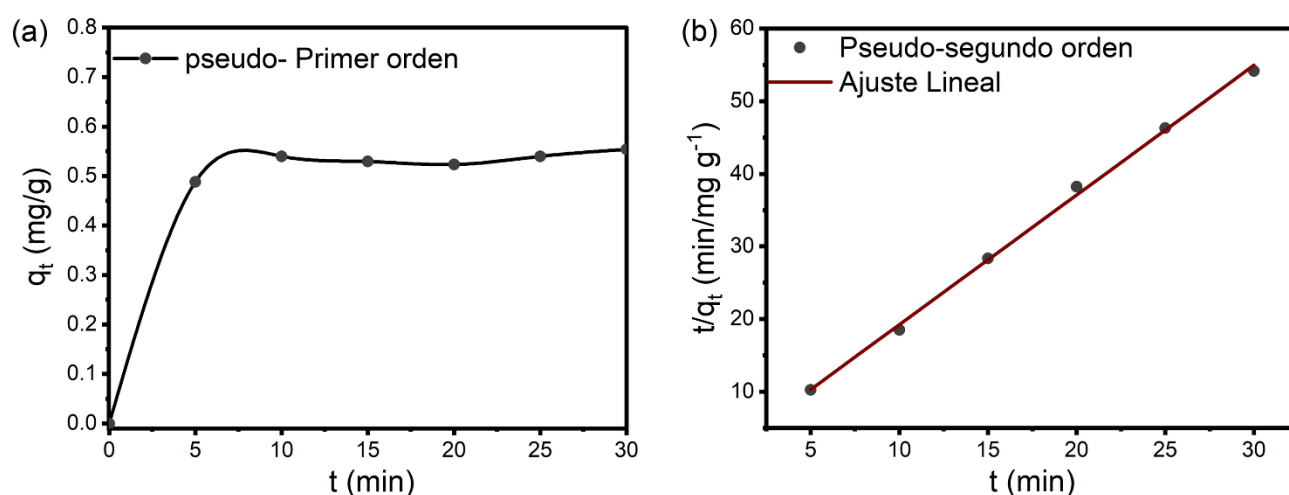


Tabla 5

Parámetros obtenidos de los modelos de pseudo-primer orden y pseudo-segundo orden.

Modelo de Cinética de Adsorción	Parámetros	Valor	R ²
Pseudo-primer orden	q _e (mg/g)	1.352	0.5566
	K ₁	0.017	
Pseudo-segundo orden	q _e (mg/g)	0.700	0.9982
	K ₂	1.405	

2.7 Proceso de Degradación de NM por Fotocatálisis

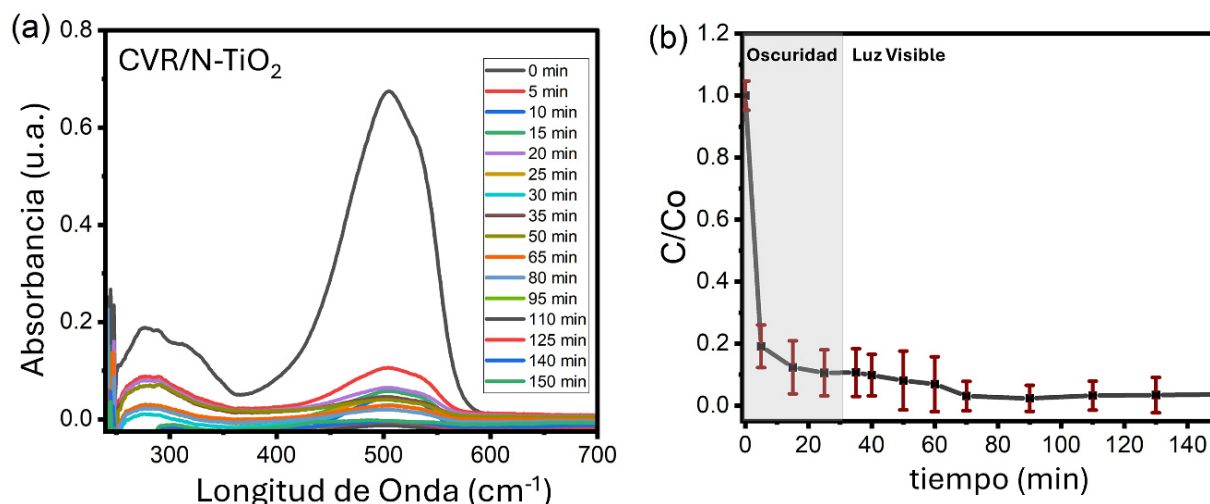
2.7.1 Fotocatálisis Mediante Espumas CVR/N-TiO₂

De acuerdo con los resultados de adsorción-fotocatálisis, el CVR/N-TiO₂ presenta una rápida adsorción (mayor al 90%) en los primeros 10 min de oscuridad, alcanzando el equilibrio a los 30 min, como se ilustra en las Figuras 23a y 23b. Tras la irradiación con luz visible, la espuma alcanza > 95.5% de remoción de NM. Cabe destacar que el mayor porcentaje de adsorción se alcanzó en ausencia de luz, por tal motivo, los espectros de absorción sugieren que el efecto fotocatalítico puede estar solapado por la adsorción.

Sin embargo, vale la pena tener en cuenta que los resultados de potencial de circuito abierto consignados en la Figura 17d demostraron que la respuesta fotoelectroquímica del CVR/N-TiO₂ en presencia de NM fue evidente al cambiar el potencial con la activación de la luz visible, lo anterior sugirió procesos de oxidación del NM, indicando que el NM adsorbido en la oscuridad es degradado en la interfase una vez que la espuma es iluminada. Sin embargo, para proporcionar más evidencias del proceso de degradación de la NM bajo iluminación, en las siguientes secciones se muestran los resultados de la producción de especies reactivas de oxígeno (ROS) y de ciclos de reutilización.

Figura 23

Adsorción de NM mediante CVR/N-TiO₂. (a) Espectros UV-Vis y (b) curva de cinética de adsorción y degradación de NM.



2.7.2 Producción de Radicales Hidroxilos

Considerando que la remoción del NM mediante CVR/N-TiO₂ detectada a partir de los espectros de absorbancia no confirmaron un efecto fotocatalítico evidente, se evaluó la producción de radicales hidroxilo ($\bullet$ OH) y de secuestrantes de $\bullet$ OH para confirmar la naturaleza fotocatalítica de las espumas CVR/N-TiO₂.

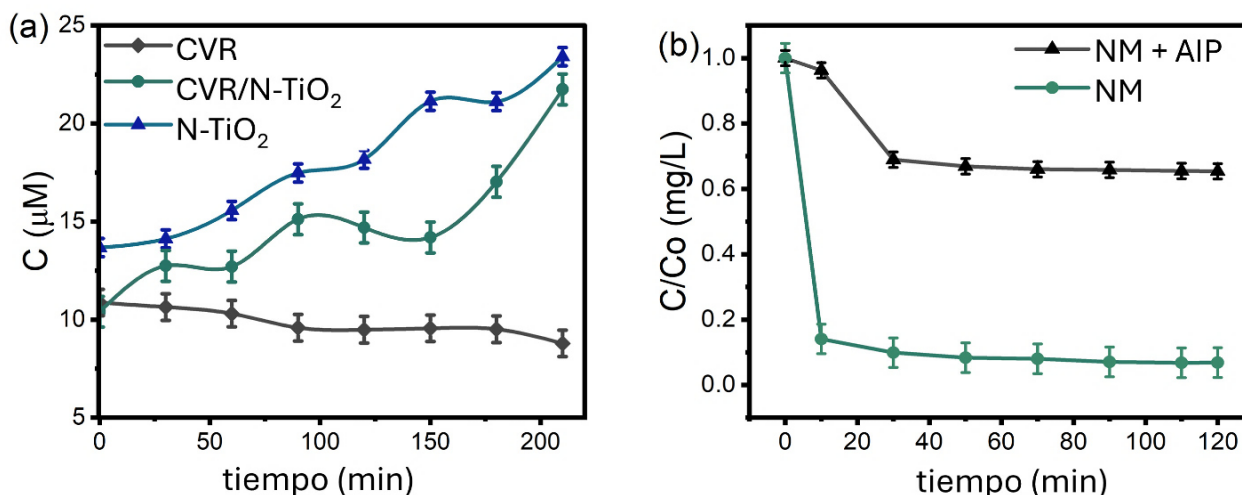
El hidroxilo ($\bullet$ OH) pertenece a las especies reactivas de oxígeno (ROS), estas especies son identificadas y analizadas mediante diferente técnicas que permiten cuantificar su presencia en procesos fotocatalíticos. Una de esa técnicas es la medición de $\bullet$ OH a partir de la producción de ácido 2-hidroxitereftálico (ATOH), debido a que se ha reportado que los $\bullet$ OH atacan selectivamente al ácido tereftálico (AT) formando ATOH como único producto (Jaramillo Gutiérrez, 2019; Nosaka & Nosaka, 2017).

La [Figura 24a](#) muestra los resultados obtenidos en la producción de ATOH a partir de TA bajo irradiación de luz visible, utilizando espumas CVR y CVR/N-TiO₂; así mismo y con fines comparativos se realizaron análisis al recubrimiento de N-TiO₂ soportado sobre vidrio (obtenido bajo la técnica de recubrimiento dip coating capa por capa). Como puede observarse, las espumas de CVR/N-TiO₂ son las que más se aproximan a los resultados de N-TiO₂ soportado sobre vidrio, confirmando que el N-TiO₂ soportado sobre el CVR tiene propiedades fotocatalíticas y es eficaz en la generación de radicales hidroxilo; por lo tanto, podría promover la degradación del NM mediante reacciones en cadena de oxidación-reducción (Nosaka & Nosaka, 2017). Mientras que esto no ocurre con el CVR sin recubrir.

Tras confirmar la producción de radicales $\bullet\text{OH}$, se procedió a realizar análisis de secuestrantes de $\bullet\text{OH}$, para tal fin se utilizó alcohol isopropílico (AIP) como agente secuestrante. Lo anterior con el objetivo de evaluar el impacto de la retención de $\bullet\text{OH}$ en la capacidad de degradación de la NM en presencia del CVR/N-TiO₂. Los resultados se muestran en la [Figura 24b](#). Según los resultados, la degradación de la NM disminuyó del 93.1% en ausencia de alcohol isopropílico (AIP) al 37,6% en presencia del alcohol, indicando la importancia de los radicales $\bullet\text{OH}$ en la degradación de la NM. Lo anterior confirma que hay efecto fotocatalítico en las espumas CVR/N-TiO₂.

Figura 24

Resultados de monitorización de $\bullet OH$ (a) Producción de $\bullet OH$ y (b) Curva cinética de adsorción de NM con y sin la presencia de AIP.

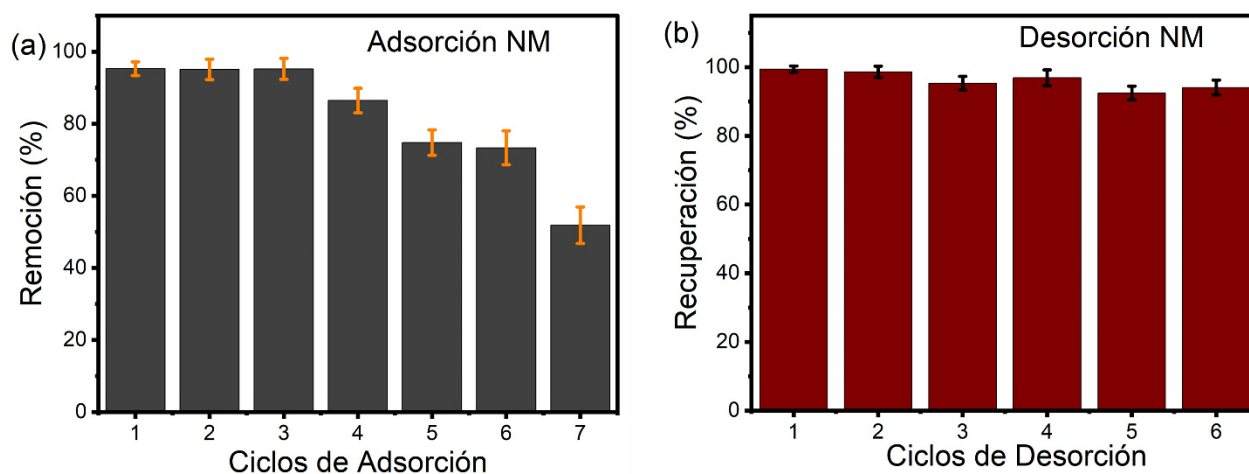


2.8 Análisis de reúso de CVR/N-TiO₂

Los resultados de los ciclos de reutilización de las espumas CVR/N-TiO₂ en procesos de adsorción en oscuridad se ilustran en las [Figura 25a y 25b](#). De acuerdo con los resultados, las espumas mantuvieron una adsorción de NM superior al 95% hasta el tercer ciclo, a partir del cual comenzó a disminuir ligeramente hasta alcanzar una capacidad de adsorción del 73.3% en el sexto ciclo ([Figura 25a](#)). Mientras tanto, la desorción (en etanol) alcanzó un valor máximo del ~99% de recuperación del total adsorbido ([Figura 25b](#)), manteniéndose superior al 90% de desorción a lo largo de los seis ciclos; en el momento de escribir este capítulo, no existen otros informes sobre reúsos de CVR en la adsorción de colorantes. Según los resultados, el CVR/N-TiO₂ describe un mecanismo de fisisorción debido a que el colorante se recupera eficientemente, confirmándose que las fuerzas electrostáticas y de van der Waals dominan la adsorción y desorción de NM sobre CVR/N-TiO₂ (Chen et al., 2019).

Figura 25

Ciclos reutilización en oscuridad de las espumas CVR/N-TiO₂. (a) adsorción de NM y (b) desorción de NM.



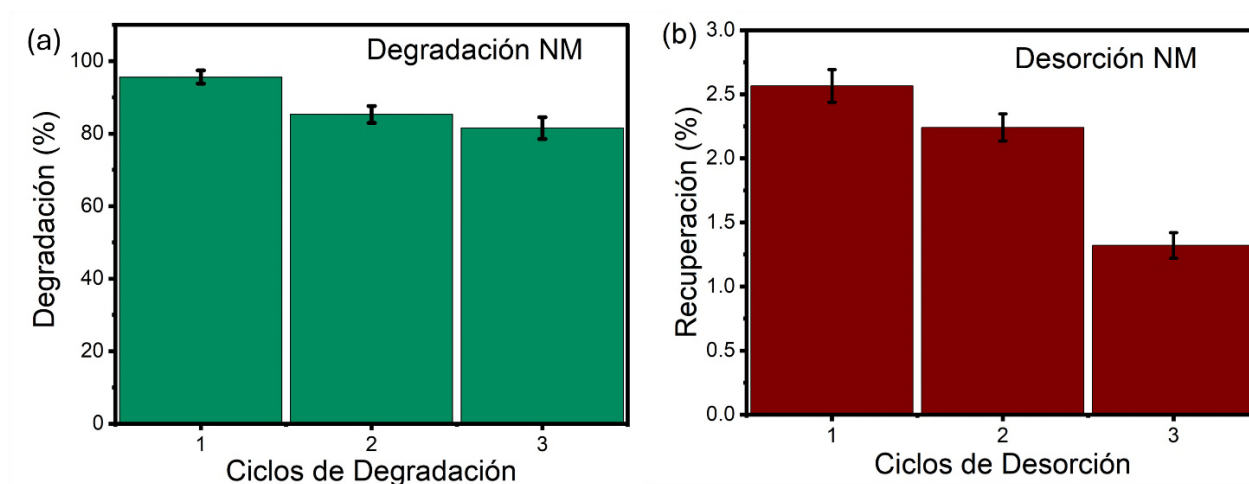
Considerando que los resultados de adsorción-desorción demostraron una recuperación casi total del NM, se realizaron pruebas de reutilización de las espumas mediante ciclos de fotocátalisis-desorción, con el objetivo de verificar si el NM es degradado bajo iluminación. En las Figuras 26a y 26b se presentan los resultados de degradación-desorción mediante fotocátalisis. Para tal fin se sometieron las espumas CVR/N-TiO₂ a tres ciclos simultáneos de reúso. Se observó que la espuma alcanzó una tasa máxima de eliminación de colorante del 95.5 %, mientras que, en la etapa de desorción, la espuma liberó sólo un máximo de 2.56 % del total de NM removido, confirmando que existe degradación de la molécula bajo irradiación con luz visible.

Como se muestra en la Figura 26a, la capacidad de adsorción-degradación de NM disminuye de 95.5% a 85.3% en el segundo ciclo de reutilización, en contraste con los ensayos de solo adsorción llevados a cabo en oscuridad, en los cuales se mantuvo un 95.5% de adsorción hasta el tercer ciclo (Figura 25a). Esta disminución podría estar relacionada con la mineralización incompleta de NM, que deja algunos residuos de NM generando bloqueos en los sitios activos del

CVR/N-TiO₂. Se necesitan más estudios para mejorar esta característica. Respecto a la desorción, se observó que las espumas tuvieron una recuperación máxima del NM de tan sólo el 2.5% (Figura 26b), lo cual valida el proceso fotocatalítico al no generarse una desorción del NM en la magnitud que lo hizo del CVR sin recubrir, el cual alcanzó una desorción del 99%.

Figura 26

Ciclos de reutilización bajo irradiación de luz de las espumas CVR/N-TiO₂. (a) degradación de NM y (b) desorción de NM.



Los resultados demostraron que el material desarrollado puede adsorber el colorante y degradarlo fotocatalíticamente cuando se expone a la luz visible. Esta capacidad combinada de adsorción y fotocatalisis es inusual en los sistemas de carbono 3D (Iwuozor et al., 2021). Normalmente, los recubrimientos de TiO₂ tienden a reducir la capacidad de adsorción en los sistemas de carbono. Por lo tanto, en la literatura, las capacidades de adsorción y fotocatalisis de los sistemas 3D CVRs se suelen reportar por separado (de Souza Vieira, 2022; Shiell et al., 2019; Vasconcelos et al., 2022). Sin embargo, en nuestro caso, la combinación de carbono y N-TiO₂ contribuyó a la degradación de la NM debido a que el N en la estructura del recubrimiento del N-TiO₂ en forma de NO, NO₂ o -NH₂ mejora la humectabilidad y adsorción de los materiales formando grupos

funcionales afines al colorante en soluciones acuosas ácidas (Bakre et al., 2020). De acuerdo con los análisis de degradación fotocatalítica, a continuación, se describe la posible vía de degradación fotocatalítica de NM.

- | | |
|---|---|
| (1) $TiO_2 + h\nu \rightarrow h^+ + e^-$ | Activación del TiO_2 |
| (2) $h_b^+ \rightarrow h_s^+$ | Flujo de huecos en la superficie |
| (3) $CVR/NTiO_2 + H_2O \xrightleftharpoons{K_{H_2O}} H_2O_{ad}$ | Concentración de especies adsorbidas |
| (4) $CVR/NTiO_2 + P_i \xrightleftharpoons{K_P} P_{iad}$ | Productos de reacción adsorbidos en solución
(insignificantes) |
| (5) $h_2^+ + H_2O_{ads} \xrightarrow{aire} \bullet OH$ | Propagación y ataque de los hidroxilos generados |
| (6) $\equiv Ti - H_2O_{2ad} + 2h_s^+ \rightarrow O_2 + 2H^+$ | Degradación del NM en la interfaz |

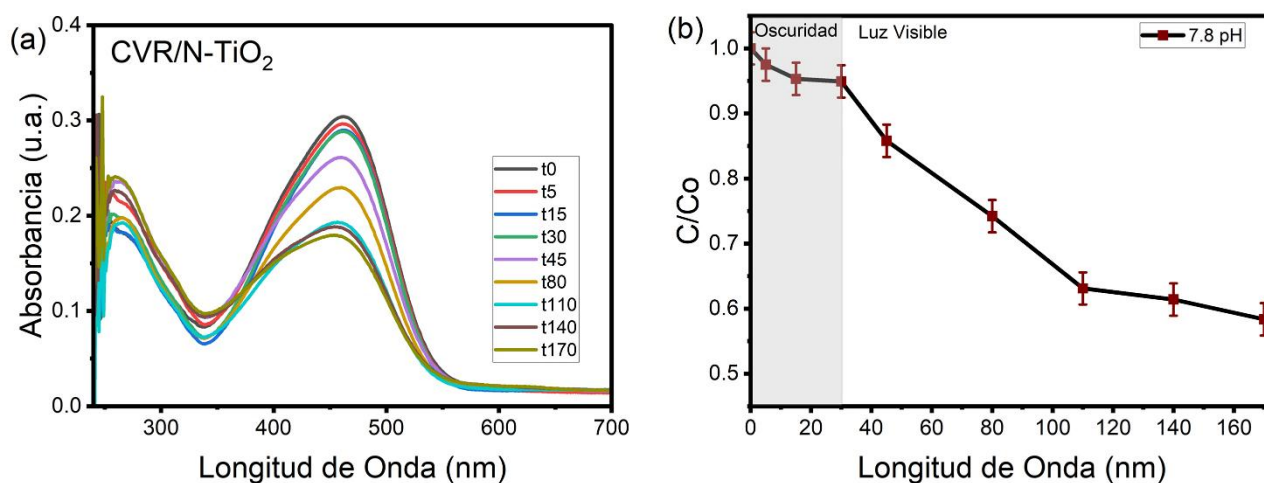
2.9 Remoción de NM en Aguas de Uso Cotidiano

Como ensayo exploratorio y con el objetivo de verificar si las espumas de CVR/N-TiO₂, obtenían resultados eficaces en aguas de uso cotidiano, las soluciones de NM se prepararon utilizando agua del grifo lo cual aumenta la matriz de la solución debido al contenido de sales y metales desprendidas de las tuberías; además, no hubo acidificación de la solución (Figura 27). Los resultados demuestran que bajo tales condiciones, la adsorción de NM fue tan solo del 5%, esta diferencia de adsorción comparada con las soluciones de NM con pH de 2.5 (adsorción superior al 95%), es atribuida a la poca atracción electrostática entre el NM (colorante aniónico) y el CVR/N-TiO₂ (pI=4.25), dado que a pH>pI el CVR/N-TiO₂ tiene carga negativa generándose repulsión con las moléculas de NM. Sin embargo, al activar la irradiación de luz visible se dio lugar a una degradación del 42% de NM, lo que indica una acción más pronunciada de la fotocatálisis. Lo

anterior deja en evidencia que los grupos funcionales del N-TiO₂ pueden interactuar con otros elementos y contribuir a una mejor degradación de colorantes.

Figura 27

Remoción del colorante NM en aguas de uso cotidiano tratadas con CVR/N-TiO₂. (a) Espectro de absorbancia y (b) curva de cinética de adsorción.



Conclusiones Parciales

Las espumas 3D CVR/N-TiO₂ obtenidas a partir de poliuretano y azúcar refinado demostraron una alta eficiencia de adsorción de NM, alcanzando >90% de eficiencia en adsorción y logrando >95.5% de degradación por fotocatalisis. La adsorción ocurre principalmente por mecanismos de fisisorción en los que dominan las fuerzas electrostáticas debido a las reacciones del NM cuando se expone a una solución ácida de pH 2.4. La morfología porosa heredada del sustrato de la plantilla de sacrificio facilita la difusión del colorante a través de los sitios activos del CVR/N-TiO₂, y el recubrimiento de N-TiO₂ sobre el CVR proporcionó un aumento del área electroquímicamente activa relacionado con los grupos funcionales formados durante la síntesis del recubrimiento. Se demostró que la fotocatalisis desempeña el papel definitivo en la degradación de

la NM debido a las reacciones que se producen cuando el N-TiO₂ es fotoinducido por la luz visible. Se confirmó y demostró que la producción de radicales hidroxilo desempeña un papel esencial en la degradación de la NM.

Por lo tanto, las espumas CVR/N-TiO₂ pueden adsorber NM y contenerlo en la superficie para ser recuperado hasta en un 99% por desorción en etanol. Cuando se desea la eliminación completa de la NM, la irradiación de luz contribuye a la degradación del colorante. Esta característica hace que el CVR/N-TiO₂ sea prometedor para la recuperación o degradación de colorantes, en comparación con otros materiales carbonosos tridimensionales que suelen tener capacidades separadas de adsorción o fotocátalisis. Otro aspecto relevante es la capacidad de reutilización demostrada por CVR/N-TiO₂, superando seis ciclos consecutivos de adsorción/desorción y tres de fotocátalisis/desorción.

Cabe destacar que, al tratarse de un material tridimensional, la recuperación para su eliminación final no requiere procesos posteriores, como suele ocurrir con los materiales particulados carbonosos. Sin embargo, quedan algunas desventajas como la disponibilidad de los precursores, la variabilidad de las plantilla de poliuretano de acuerdo con los proveedores (algunas porosidades no concuerdan con las establecidas, las dimensiones de las plantillas cambian o el producto ya no es vendido por el proveedor), el uso del azúcar de mesa compite con el mercado alimenticio lo cual aumenta su costo y la baja adsorción del CVR sin recubrir comparado con otros materiales carbonosos que alcanzan adsorciones superiores al 95%. Por lo tanto, ¿es posible alcanzar las mismas capacidades de adsorción-fotocátalisis y reúso, sintetizando CVR y CVR/N-TiO₂ utilizando precursores provenientes de los residuos agroindustriales?

3. Espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ a Partir de Pseudotallo de Banano y Melaza:

Obtención, caracterización y capacidad descontaminante en aguas residuales

3.1 Resumen

En este capítulo se presenta el uso de dos residuos agroindustriales (pseudotallo de banano y melaza) como precursores en la obtención de espumas de Carbón Vítreo Reticulado (CVR) y su estabilidad para ser recubierto con dióxido de titanio dopado con nitrógeno (N-TiO₂), con el fin de obtener el material compuesto de CVR/N-TiO₂. Inicialmente, se describe la metodología de obtención de los CVR y CVR/N-TiO₂, se continúa con las técnicas y procedimientos de caracterización utilizados en las espumas obtenidas, mediante análisis de micrografías FESEM-EDS, BET, FTIR, Raman, XPS, DRX, electroquímica (voltamperometría cíclica y potencial de circuito abierto), ángulo de contacto, potencial Zeta y titulación potencioestática. Posteriormente, se presenta la metodología para evaluar la capacidad de adsorción y fotocátalisis de colorantes tanto en aguas sintéticas como en aguas reales provenientes de la industria textil; se continúa con la presentación de los resultados y análisis obtenidos, para culminar con las conclusiones y consideraciones parciales.

El objetivo de este capítulo es demostrar el exitoso reemplazo de las plantillas de poliuretano por plantillas de pseudotallo de banano y el reemplazo de la resina de azúcar refinada por resina de melaza, obteniéndose espumas con características morfológicas, fisicoquímicas y de rendimiento superiores a las espumas sintetizadas a partir de poliuretano y azúcar de mesa.

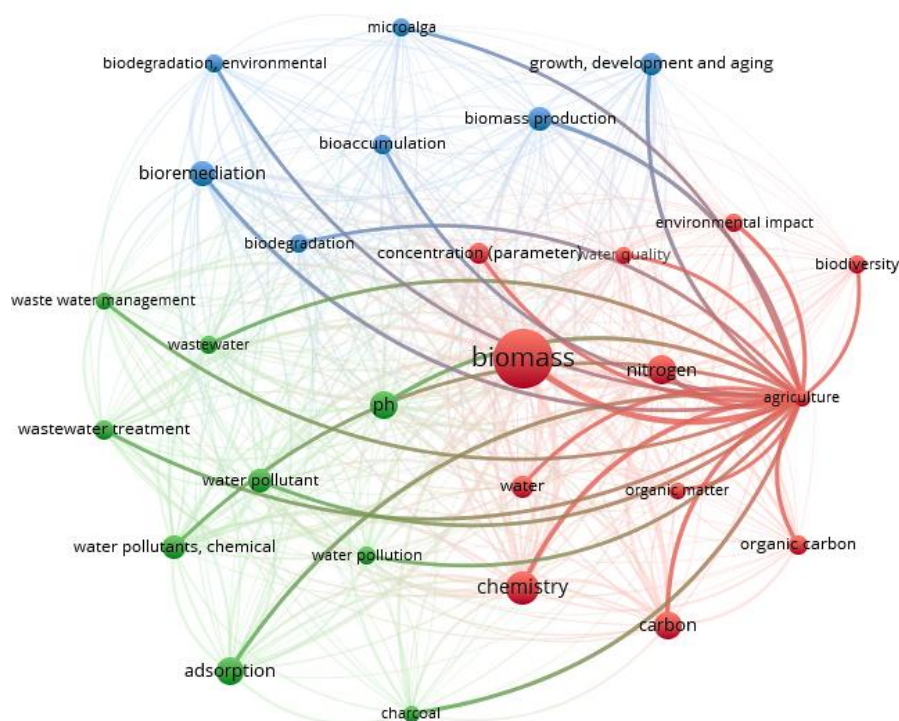
3.2 Introducción

La búsqueda de materias primas renovables y amigables con el medio ambiente ha sido de gran interés en los últimos cinco años, debido a los compromisos adquiridos por los países miembros

de la ONU, para dar cumplimiento a los ODS 2030. De acuerdo con los análisis realizados en bases de datos como SCOPUS, Google Research y patent Scope se pudo determinar que el uso de biomasa para el desarrollo de nuevos materiales carbonosos resultó recurrente dentro de las investigaciones con enfoque ambiental, como se observa en el análisis realizado utilizando VosViewer a través de formato RIS (Figura 28), en el análisis también se refleja un gran engranaje entre la valoración de residuos agrícolas y la sostenibilidad ambiental.

Figura 28

Análisis bibliométrico de relacionamiento de investigaciones enfocadas al medio ambiente y los Objetivos de Desarrollo sostenible ODS.



Nota: Esta red bibliométrica fue realizada usando la base de datos de Scopus en archivo RIS la cantidad de artículos de investigación vinculados a la red fue de 9895 documentos, el intervalo de tiempo escogido fue del 2015-2025, la palabra clave fue “*environment*”.

Figura 29

The diagram illustrates the interconnectedness of various concepts in the field of biochar and agricultural waste management. The central node, 'biochar', is the most prominent, with numerous connections radiating outwards. The nodes are color-coded: red for agricultural waste, green for water treatment, and brown for biochar production. The connections are represented by lines of varying thickness, indicating the strength of the relationships.

Key Nodes and Connections:

- biochar** (central node, brown) is connected to:
 - agricultural waste** (green)
 - adsorption** (green)
 - pyrolysis** (brown)
 - biomass** (brown)
 - crop residue** (red)
 - maize** (red)
 - organic carbon** (red)
 - carbon** (red)
 - biochars** (brown)
 - agricultural wastes** (red)
 - pyrolysis temperature** (brown)
 - carbonization** (brown)
 - charcoal** (brown)
 - recycling** (red)
 - waste treatment** (red)
 - composting** (red)
 - nitrogen** (red)
 - agriculture** (red)
- agricultural waste** (green) is connected to:
 - adsorption** (green)
 - water treatment** (green)
 - water pollution** (green)
 - wastewater treatment** (green)
 - water waste water management** (green)
 - pollutant removal** (green)
 - water pollutants, chemical** (green)
 - adsorbent** (green)
 - adsorption kinetics** (green)
 - isotherm** (green)
 - activated carbon** (green)
 - surface area** (green)
 - porosity** (green)
- adsorption** (green) is connected to:
 - adsorbent** (green)
 - adsorption kinetics** (green)
 - isotherm** (green)
 - activated carbon** (green)
 - surface area** (green)
 - porosity** (green)
- pyrolysis** (brown) is connected to:
 - biomass** (brown)
 - crop residue** (red)
 - maize** (red)
 - organic carbon** (red)
 - carbon** (red)
 - biochars** (brown)
 - agricultural wastes** (red)
 - pyrolysis temperature** (brown)
 - carbonization** (brown)
- biomass** (brown) is connected to:
 - crop residue** (red)
 - maize** (red)
 - organic carbon** (red)
 - carbon** (red)
 - biochars** (brown)
 - agricultural wastes** (red)
 - pyrolysis temperature** (brown)
 - carbonization** (brown)
- crop residue** (red) is connected to:
 - maize** (red)
 - organic carbon** (red)
 - carbon** (red)
 - biochars** (brown)
 - agricultural wastes** (red)
 - pyrolysis temperature** (brown)
 - carbonization** (brown)
- maize** (red) is connected to:
 - organic carbon** (red)
 - carbon** (red)
 - biochars** (brown)
 - agricultural wastes** (red)
 - pyrolysis temperature** (brown)
 - carbonization** (brown)
- organic carbon** (red) is connected to:
 - carbon** (red)
 - biochars** (brown)
 - agricultural wastes** (red)
 - pyrolysis temperature** (brown)
 - carbonization** (brown)
- carbon** (red) is connected to:
 - biochars** (brown)
 - agricultural wastes** (red)
 - pyrolysis temperature** (brown)
 - carbonization** (brown)
- biochars** (brown) is connected to:
 - agricultural wastes** (red)
 - pyrolysis temperature** (brown)
 - carbonization** (brown)
- agricultural wastes** (red) is connected to:
 - pyrolysis temperature** (brown)
 - carbonization** (brown)
- pyrolysis temperature** (brown) is connected to:
 - carbonization** (brown)
- carbonization** (brown) is connected to:
 -
- charcoal** (brown) is connected to:
 - recycling** (red)
 - waste treatment** (red)
- recycling** (red) is connected to:
 - waste treatment** (red)
- waste treatment** (red) is connected to:
 -
- composting** (red) is connected to:
 -
- nitrogen** (red) is connected to:
 -
- agriculture** (red) is connected to:
 -

Dentro de los mencionados productos de interés económico, la principal fruta de comercio internacional es el banano, alcanzando en el 2021 más de 120 millones de toneladas métricas en producción mundial (Yi et al., 2024), el banano se produce en 120 países incluidos India, China y Australia; sin embargo, América Latina es el principal exportador de banano con una proyección de

producción de 37 millones de toneladas para el 2033. Ecuador lidera la lista, seguido por Guatemala, Costa Rica y Colombia (OECD-FAO, 2024), convirtiendo el banano en un producto sostenible a largo plazo. En Colombia, los cultivos de banano sobrepasan las 2.2 millones de hectáreas, representando más de 17 toneladas de residuos por hectárea, dentro de estos residuos sobresale el pseudotallo de banano, el cual aún no tiene fines específicos (Annekathrin et al., 2024; Minagricultura, 2020).

El pseudotallo de banano no es como tal un tallo sino más bien una estructura herbácea con una altura entre los 0.8 y 16 m de altura (dependiendo de la especie), consiste en un cilindro central de capas concéntricas (vainas foliares-peciolares) coronadas por unas grandes hojas. El pseudotallo tiene propiedades interesantes para ser usado como plantilla de sacrificio en reemplazo de las esponjas de poliuretano, una de ellas es su estructura reticular promovida por las fibras de celulosa, como se observa en la [Figura 30](#), el ángulo microfibrilar de los cristales de celulosa presentes en el pseudotallo facilita la obtención de materiales carbonosos con diferentes tamaños de poro (China Patente nº CN108940202, 2018). Dada la cantidad de celulosa (entre el 40 y 45% w/w) el pseudotallo puede tener reordenamientos moleculares resistentes a temperaturas superiores a los 650°C, dando como resultados carbones que conservan su estructura reticular y porosa, convirtiéndose en un buen candidato para procesos de adsorción (Misran et al., 2022; Sango et al., 2018).

Figura 30

Pseudotallo de banano donado por agricultores de Santander-Colombia.



Por su parte, los cultivos de caña azucarera y panelera superan las 240,000 hectáreas en Colombia, sobrepasando las 18 millones de toneladas de residuos al año, siendo la melaza el residuo que prevalece en la industria panelera (Asocaña, 2025). La melaza de caña es un jarabe rico en azúcares los cuales superan el 50% de la masa total (~39 % sacarosa, ~7.4% glucosa y ~9% fructuosa), dado que los azúcares se consideran compuestos con contenido nutricional, la melaza ha sido utilizada como suplemento alimenticio del ganado; adicionalmente contiene aminoácidos y ácidos nucleicos, lo que la convierte en precursora para la elaboración de fertilizantes (Samborska et al., 2021).

Sin embargo, la producción de melaza de caña supera la producción de fertilizantes y suplementos agrícolas, convirtiéndose en una amenaza para el medio ambiente, debido que su alta cantidad de azúcares promueve el crecimiento de microorganismos patógenos como la proteobacteria, Firmicutes y Actinobacteria, que pueden afectar la vida humana con enfermedades gastrointestinales, cutáneas o respiratorias; la fermentación bacteriana también conlleva a la contaminación del agua y de las tierras debido a la conversión de los azúcares a aldehídos-aminas

(Tripathi et al., 2021, 2022). Por tal motivo, la industria panelera y azucarera requiere de alternativas para el uso de la melaza como subproducto de valor agregado.

En esta investigación se utilizó la melaza y pseudotallo de banano como precursores en la síntesis de CVR y CVR/N-TiO₂ teniendo en cuenta la sostenibilidad de estos residuos en el tiempo (de acuerdo con los datos expuestos anteriormente), la disponibilidad de pseudotallo y melaza en la región de Santander y el bajo costo de adquisición de estos precursores. Hasta la fecha no se ha reportado en la literatura biocarbonos monolíticos de CVR y CVR/N-TiO₂ desarrollados a partir de pseudotallo de banano y melaza con capacidad de remoción de colorantes en aguas sintéticas y reales.

3.3 Metodología

3.3.1 Diseño Experimental

La metodología de síntesis de las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza, fue una adaptación de la metodología utilizada para la obtención de los materiales de referencia (Capítulo 2); dicha adaptación se basó en el Diseño Box-Behnken (BBD, por sus siglas en inglés) mediante el Método de Superficie de Respuesta (RSM, por sus siglas en inglés), junto con los resultados empíricos derivados de esta investigación. Para tal fin se utilizó Design-Expert software 13.0.0, Stat-Ease 360, para generar el BBD y realizar los análisis de datos con RSM; la evaluación de la significancia de los términos se realizó mediante ANOVA (valor-P < 0.05) con un R² mayor a 0.85.

El diseño experimental se escogió teniendo en cuenta la cantidad de variables iniciales, tales como partes del pseudotallo de banano a utilizar (con corteza o sin corteza), concentración de la melaza (0.2; 0.4 y 0.8 g/mL), temperatura y tiempo de polimerización de la melaza (12, 24, 40 y

48h), tratamiento térmico (con o sin curado previo a la carbonización) y recubrimiento (con y sin cámara de vacío).

3.3.2 Obtención de Plantilla de Sacrificio a partir de Pseudotallo de Banano

La preparación de las plantillas de sacrificio se realizó utilizando piezas de pseudotallo de banano proveniente del municipio de Lebrija, Santander. El pseudotallo fue secado al sol por periodos de 12, 24 y 48h, este procedimiento permitió determinar las condiciones de secado que garantizaron la obtención de plantillas sin humedad residual, requisito fundamental para las etapas posteriores en la obtención del CVR y CVR/N-TiO₂. Después del secado, las piezas obtenidas fueron divididas en grupos de plantillas con corteza y plantillas sin corteza; por último, el pseudotallo fue cortado en piezas de 4.0 cm x 2.0 cm x 0.5 cm en concordancia con la metodología utilizada en el Capítulo 2, para la obtención de plantillas de sacrificio a partir de láminas poliuretano.

3.3.3 Obtención de Resina de Sacarosa a partir de Melaza

La resina de sacarosa se obtuvo empleando melaza de caña panelera donada por la fábrica Valle de San Luis, en Santander (Colombia), el diseño experimental utilizado fue Box-Behnken (BBD, por sus siglas en inglés) mediante el método de superficie de respuesta (RSM, por sus siglas en inglés). Para construir la matriz del BBD se realizaron análisis preliminares, el primero fue la determinación del tiempo de almacenamiento de la melaza, para ello se llevaron a cabo análisis de espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), usando un equipo Cary 630 IR con longitud de onda en el rango de 650 cm⁻¹ a 4000 cm⁻¹, con el fin de validar la composición molecular de melaza almacenada en periodos de tres meses y seis meses, comparados con la resina de sacarosa obtenida a partir de azúcar refinada (blanco de comparación); los siguientes análisis preliminares fueron una adaptación de la metodología descrita por (Terán Acuña et al., 2020), en la cual se

sintetizó resinas de sacarosa para la obtención de CVR. Para tal fin, se prepararon soluciones variando las concentraciones de melaza (0.2, 0.4 y 0.8 g/mL) en $\text{HNO}_3 \times 10^{-3} \text{ N}$; cada una de estas concentraciones tuvo dos variaciones adicionales: melaza filtrada (F) y melaza sin filtrar (SF), con el objetivo de determinar la influencia del material orgánico suspendido, en la polimerización de la resina y su concentración de sacarosa.

Las muestras obtenidas se sometieron a tratamientos térmicos a una temperatura de 70°C , sostenida a diferentes intervalos de tiempo (12h, 24h y 48h). Con estos ensayos se validó la relación entre las variables: tiempo, temperatura y concentración, necesarias para obtener las resinas de sacarosa a partir de melaza. Posteriormente, se realizaron análisis de espectroscopía FTIR usando un equipo Cary 630 IR con longitud de onda en el rango de 650 cm^{-1} a 4000 cm^{-1} , con el fin de determinar los grupos funcionales presentes en las resinas. Los análisis de $^\circ\text{Brix}$ se realizaron en un equipo NFC refractometer PAL-BX/R1, con el objetivo de determinar el porcentaje de sacarosa.

Una vez obtenida la caracterización de las resinas preliminares se determinaron los factores y los niveles con los que se construyó la matriz del BBD, dando como resultado una matriz de 19 ensayos, con sus respectivas repeticiones. Los factores establecidos fueron tres: concentración de melaza (g/mL), tiempo de tratamiento térmico (h) y plantilla de sacrificio (con o sin corteza vegetal). A su vez, los factores se variaron en tres niveles de acuerdo con el RSM: -1, 0, +1 representando los niveles bajo, medio y alto respectivamente; se planteó como respuesta la capacidad de la resina para lograr la óptima impregnación de la plantilla de sacrificio bajo una valoración puntuada de 1-5, de la siguiente manera: No hubo impregnación (1), impregnación inferior al 25% (2), impregnación del 50% (3), impregnación del 75% (4), impregnación de 100% (5), las valoraciones se realizaron mediante testigos con tres observadores diferentes para cada experimentación planteada.

Posteriormente, los datos obtenidos se ajustaron al modelo RSM polinomial de segundo orden descrito en la [Ecuación \(9\)](#).

$$Y = \beta_0 + \beta_1 A + \beta_2 B + \beta_3 C + \beta_{12} AB + \beta_{11} A^2 + \beta_{22} B^2 \quad (9)$$

Donde Y es el objetivo para optimizar la respuesta, β corresponde al vector o coeficiente de los parámetros denominados factores; A, B, C son los factores y AB es la interacción entre los factores A y B (Mohammad et al., 2019).

Con el fin de completar la caracterización de la resina con los valores óptimos de los factores predichos por el diseño experimental, se realizaron análisis de viscosidad, para determinar la relación entre la viscosidad dinámica y cinemática necesarias para la impregnación efectiva de las plantillas de sacrificio. La viscosidad dinámica se evaluó a través de ensayos reológicos, utilizando un viscosímetro Brookfield DV-II+ Pro. Por su parte, la viscosidad cinemática se calculó mediante la relación entre viscosidad dinámica y densidad (determinada por picnometría) de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$v = \frac{\mu}{\rho}$$

Donde v es la viscosidad cinemática en centistokes (cSt), μ corresponde a la viscosidad dinámica en centipoise cP y ρ representa la densidad del fluido en g/cm³.

3.3.4 Síntesis de los CVR

Una vez obtenida la resina de sacarosa a partir de melaza, se procedió a incorporar dicha resina a las plantillas de pseudotallo de banano bajo la siguiente metodología: Las plantillas se impregnaron con la resina por el método de inmersión, a su vez fueron sometidas a vacío (durante 5 min), con el fin de garantizar el ingreso de la resina a los poros internos presentes en la estructura

morfológica del pseudotallo y finalmente se llevaron a centrifugado para redistribuir la resina y eliminar los excesos.

Posteriormente, se realizaron los tratamientos térmicos de curado y carbonización. La metodología utilizada fue la misma de las espumas blanco: Curado a 250°C con una rampa de calentamiento de 1°C/min y 1 h de sostenimiento, seguido del proceso de carbonización a 1000°C en atmósfera de N₂, con una rampa de calentamiento de 5°C/min y 1h de sostenimiento.

3.3.5 Obtención del CVR/N-TiO₂

El CVR obtenido se modificó mediante el recubrimiento de tres capas de N-TiO₂, para ello se utilizó el mismo método de las espumas blanco (Díaz-Cañas et al., 2024). La preparación del sol-gel se llevó a cabo en dos etapas: La primera, consistió en una premezcla de tetraisopropóxido de titanio en isopropanol, agregada gota a gota en la segunda premezcla (acetil acetona en ácido nítrico), una vez alcanzado el equilibrio de mezcla, se realizó la segunda etapa agregando trietilamina como precursor para el dopaje de nitrógeno en el TiO₂.

Posteriormente, se realizó el recubrimiento por método de inmersión, seguido de un tratamiento de vacío (15 min) para garantizar la integración del sol-gel en los poros internos del material, el centrifugado se realizó por método spin-coating para mejorar la distribución axial del recubrimiento y eliminar excesos. El secado de las espumas recubiertas se realizó en intervalos de 15 min por cada inmersión, hasta completar las tres capas; terminado el recubrimiento se llevó las espumas a tratamiento hidrotermal y finalmente, se realizó la sinterización a 400 °C en un horno tubular y bajo atmósfera de nitrógeno (0.95 L/min) durante 1 hora, utilizando una rampa de calentamiento de 5 °C/min, con el fin de favorecer la cristalización de TiO₂ en fase anatasa.

Para los análisis termogravimétricos (TG) y de calorimetría Diferencial de Barrido (DSC, por sus siglas en inglés) se utilizó un equipo Perkin Elmer STA 6000. Se realizaron análisis a tres tipos de plantillas de pseudotallo de banano: plantilla sin resina (SR), plantilla modificada con resina a partir de azúcar (RA) y plantilla modificada con resina a partir de melaza (RM). En el rango de temperatura entre los 25 a 250 °C, los ensayos se realizaron en atmósfera de aire; para el rango de 250 a 900 °C se utilizó atmósfera de nitrógeno a 5 °C/min. Lo anterior, con el fin de determinar la estabilidad térmica de las espumas, la degradación de componentes y la energía requerida (exotérmica o endotérmica) para alcanzar la estructura carbonosa de los CVR.

3.3.6 Análisis de Morfología por FESEM-EDS y Microscopía Óptica Confocal

La morfología de las espumas fue analizada por Microscopía Electrónica de Barrido con Espectroscopía de energía Dispersiva (FESEM-EDS, por sus siglas en inglés) y por microscopía óptica confocal. Estos análisis se llevaron a cabo en espumas de CVR sin resina, CVR con resina a partir de melaza y CVR/N-TiO₂; a las muestras se le realizaron cortes de superficie para analizar las capas internas de las espumas, estos cortes se hicieron después de sintetizadas las espumas. Los análisis de porosidad se realizaron por adsorción/desorción de N₂ usando el método Brunauer-Emmett-Teller (BET) en un equipo 3FLEXTM de Micromeritics, en un intervalo de presión relativa (P/P_0) entre 0.0025 y 0.9999. El análisis de los datos fue realizado con el programa 3FLEX V.4.03, provisto por el equipo.

3.3.7 Análisis de Composición y Estructura

Los análisis de composición molecular se realizaron mediante Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), usando un equipo Cary 630 IR con longitud de onda en el rango de 650 cm⁻¹ a 4000 cm⁻¹, para llevar a cabo dichos análisis las muestras CVR y CVR/N-TiO₂ fueron

previamente pulverizadas y mezcladas con KBr mediante presión, los datos fueron analizados en Origin software. Los análisis de Difracción de Rayos X (DRX), se realizaron mediante un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con irradiación Cu K α 1 (40 kV, 40 mA). Las muestras fueron pulverizadas y tamizadas hasta un pasante malla 400 (38 μ m). El registro de datos fue analizado en HighScore plus Software.

La caracterización de la estructura cristalina y amorfa de las espumas se realizó mediante Espectroscopía Raman, empleando un equipo Thermo Scientific - 532 nm, los espectros obtenidos fueron deconvolucionados utilizando el modelo de Lorentz, con el fin de calcular el área de las contribuciones relacionadas con la estructura amorfa y grafitica de los materiales.

El análisis de composición química con espectros de alta resolución de C, N, O y Ti se realizaron mediante Espectroscopía Fotónica de rayos X (XPS) con un equipo Thermo Scientific K-Alpha instrument; para la deconvolución de los espectros de alta resolución se utilizó el modelo de Gauss en el software CasaXPS 2.3.25PR1.0. La compensación de los efectos de carga (debida a carbonos adventicios) fue llevada a cabo mediante la calibración de la energía de enlace del espectro de referencia C1s (284.8 eV).

3.3.8 Análisis Electroquímicos

El Área Electroquímicamente Activa (ECSA) fue analizada por Voltamperometría Cíclica (VC), utilizando un potenciostato-galvanostato (Autolab M204) en una celda de tres electrodos. El electrodo de referencia fue Ag/AgCl (3 M NaCl), el contraelectrodo fue una barra de grafito, los electrodos de trabajo fueron las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ obtenidas a partir de pseudotallo de banano y melaza, el electrolito utilizado fue una solución de Na₂SO₄ (0.5 M), el procedimiento experimental y sus variables fueron las mismas utilizadas con las espumas blanco (Capítulo 2).

El potencial de circuito abierto (OCP, por sus siglas en inglés) se midió utilizando un potenciostato-galvanostato (Autolab M204) en una celda de dos electrodos. El electrodo de referencia fue Ag/AgCl (3 M NaCl) y los electrodos de trabajo fueron espumas CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza, la metodología de ensayo fue la misma que se utilizó para los CVR blanco de comparación (Capítulo 2).

El potencial Z se midió con un equipo Malvern Zetasizer Advance Lab, para los análisis los CVR y CVR/N-TiO₂ se pulverizaron y tamizaron en pasante malla 400 (38 µm), luego, se dispersaron en NaNO₃ 0.1 M (1000 mg/L), la dispersión se sonicó por 10 minutos y se cargó en celdas capilares de electrodos (DTS1070); se realizaron 3 réplicas por cada medición. Los resultados se registraron y analizaron con Malvern Panalytical software 3.30.

3.3.9 Análisis de Adsorción y Fotocatálisis

En primer lugar, se analizó la interacción de las espumas ante entornos ácidos y básicos mediante titulación potencioestática automática, preparando una solución inicial de agua desionizada con un pH de 5.5, la cual fue alterada con HNO₃ (0.05 M) y KOH (0.05 M), se utilizó un equipo Metrohm Titrino 794 con agitador magnético y sensor de temperatura, los datos se analizaron con tiamo 1.2 software, programado para inyectar 100µL de ácido o base según el caso, se realizaron dos replicas por cada medición. Adicionalmente, se evaluó el cambio espontáneo de pH en soluciones de Naranja de metilo (NM), utilizando un PHmetro Hach HQ40D, programado para realizar mediciones *in situ* cada 30 s, se realizaron dos replicas por cada medición. La concentración del NM para estas pruebas fue de 5mg/L.

Se realizaron análisis de ángulo de contacto con un analizador Drop Shape Analyser KRÜSS-DSA25 usando el software ADVANCE. Estos análisis se llevaron a cabo en las espumas CVR y

CVR/N-TiO₂ sobre tres planos de cada espuma: frontal, posterior y longitudinal, con el fin de evaluar la hidrofiliidad de las espumas en presencia de soluciones de NM (5 mg/L a pH 2.5) y agua desionizada sin NM.

Los análisis de adsorción, desorción, fotocátalisis y ciclos de reúso de los CVR y CVR/N-TiO₂ utilizando NM, se realizaron siguiendo el mismo procedimiento experimental y variables establecidas para la espuma CVR blanco de comparación (Ver reactor en el [Apéndice E](#)). Las mediciones de producción de radicales •OH se realizaron de acuerdo con el método de formación de ácido 2-hidroxiteraftálico (ATOH) a partir de ácido tereftálico (AT); lo anterior se llevó a cabo siguiendo estrictamente la misma metodología de las espumas blanco.

Los análisis de isothermas de adsorción se realizaron partiendo de los modelos de Langmuir, Freundlich, Temkin y Dubinin-Radushkevich (DR), de acuerdo con las ecuaciones presentadas en el Capítulo 2. Por su parte, los análisis de cinética de adsorción se llevaron a cabo mediante los modelos de pseudo-primer y pseudo-segundo orden postulados por Lagergren. La metodología utilizada fue la misma que se describió en las secciones de adsorción del Capítulo 2 (espumas blanco de comparación).

Además del colorante naranja de metilo (NM), también se realizaron pruebas de remoción de los colorantes azul de metileno (AM) y rodamina (RD), para ello se prepararon soluciones de 5 mg/L de cada colorante, llevadas a pH 2.4 mediante dosificación con HNO₃ (0.5 M); las muestras fueron sometidas a agitación y burbujeo de aire constante, con el fin de favorecer la interacción entre la interfaz de las espumas y la solución de colorante. Los análisis se realizaron por un tiempo total de 60 min y las mediciones de concentración de los colorantes se llevaron a cabo con un equipo Thermo Scientific Evolution 220 UV-Vis. Para la RD se analizó la absorbancia a los 555 nm y para el AM a los 662 nm. La metodología se escogió para fines comparativos con el naranja de metilo.

Finalmente, se llevaron a cabo estudios con aguas residuales reales, para lo cual se tomaron muestras de los efluentes provenientes del proceso de tinturación de la empresa de textiles artesanales AREAGUA, ubicada en el municipio de Curití (Santander), las cuales fueron analizadas en el laboratorio y sometidas a procesos de adsorción-fotocatálisis siguiendo la misma metodología utilizada con la solución sintética de NM. Se realizaron análisis de Carbono Orgánico Total (COT) por el método espectrofotométrico UV-Vis, SM 5310 C. Los análisis de sulfatos se realizaron empleando un equipo TURBUDIMETER 2100N, HACH, como reactivo se utilizó Cloruro de Bario dihidratado (0.3 g/mL). Los análisis de cloruros se realizaron en un equipo Tritando 888 de Metrohm con agitador 801 stirrer, como reactivo se utilizó nitrato de plata (AgNO_3 0.01N), los datos fueron analizados con el software tiamo 2.3.

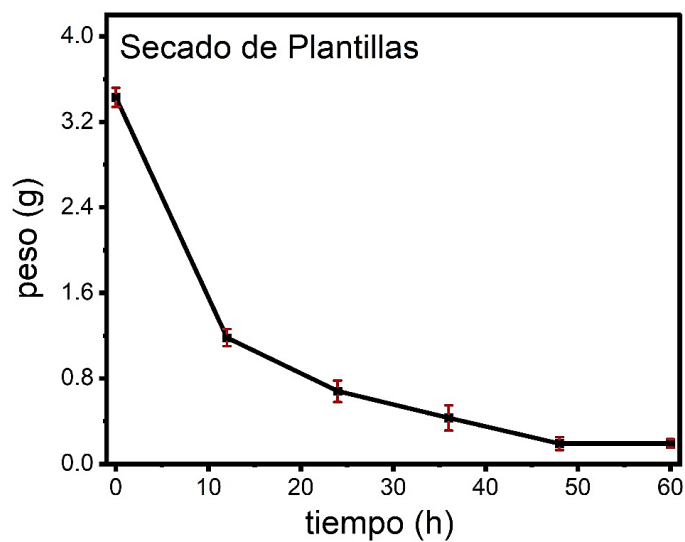
3.4 Resultados y Discusión

3.4.1 Plantillas de Sacrificio a Partir del Pseudotallo de banano

Las plantillas de sacrificio fueron obtenidas mediante secado natural al sol, el objetivo del secado lento descrito por Misran et al. (2022), fue alcanzar la estabilidad térmica de las plantillas para facilitar la integración y retención de la resina de sacarosa dentro de su estructura, para su posterior carbonización. Tal propósito se llevó a cabo realizando mediciones del peso de las plantillas (expuestas al sol) en intervalos de tiempo de 12, 24 y 48 h; el tiempo en el cual el secado alcanzó el equilibrio fue de 48h, como se observa en la [Figura 31](#).

Figura 31

Análisis de secado de las plantillas de pseudotallo de banano.



Después del secado, el pseudotallo fue cortado en piezas de 4.0 cm x 2.0 cm x 0.5 cm, con las cuales se prepararon plantillas con corteza (sin modificación en la pared vegetal) y sin corteza (remoción de pared vegetal) quedando como plantilla la zona reticular. El resultado fue piezas prismáticas que mantenían su morfología después de secado al sol ([ver figura 32](#)).

Figura 32

Fotografías de plantillas de pseudotallo de banano obtenidas con y sin corteza (pared vegetal), secadas al sol.



Nota: A la izquierda plantillas con corteza; a la derecha plantillas sin corteza.

3.4.2 Resina de Sacarosa a partir de Melaza Panelera

La obtención de resina de sacarosa a partir de melaza se llevó a cabo utilizando el Método de Superficie de Respuesta (RSM). El RSM es un conjunto técnicas estadísticas y matemáticas con las cuales se busca analizar y optimizar experimentos donde la respuesta es una variable dependiente, influenciada por variables independientes denominadas factores; se usa cuando la relación entre los factores y respuesta no es lineal si no cuadrática, cúbica u otra. Su fin es utilizar modelos que permitan encontrar la combinación óptima de factores que maximicen o minimicen la respuesta, el modelo más utilizado fue descrito en la [Ecuación 9](#) (Khuri, 2017).

Para llevar a cabo las etapas del RSM se requiere de un diseño experimental para la recopilación de datos, dentro de los cuales se encuentra el Diseño Box-Behnken, este diseño supone una caja imaginaria en la cual los factores en nivel alto (+1) y bajo (-1) son las esquinas, catalogadas como valores extremos; por su parte, los valores intermedios son los bordes o aristas en dónde se predice encontrar la respuesta óptima ([Ver Apéndice C, Figura 1](#)). El BBD es ampliamente utilizado porque requiere de menos iteraciones experimentales comparado con otros diseños como el Diseño de composición Central (CCD, por sus siglas en inglés) o el diseño factorial (Ferreira et al., 2007; Sai et al., 2023).

Para llevar a cabo el diseño experimental se realizaron análisis previos con el objetivo de determinar los factores y niveles necesarios para construir la matriz BBD, el primero fue la determinación del tiempo de almacenaje de la melaza, para tal fin se empleó melaza con tres meses de almacenamiento (melaza fresca) y, melaza con seis meses de almacenamiento (melaza fermentada), los resultados se presentan a continuación.

3.4.2.1 Resultados FTIR de la Melaza a Diferentes Tiempos de Conservación

La melaza es un subproducto orgánico que debido a su alto contenido de azúcares tiende fácilmente a la fermentación mediante procesos metabólicos bacterianos; por tal motivo, se realizaron análisis FTIR para verificar el cambio de la composición molecular de la melaza al estar almacenada por tres y seis meses bajo refrigeración, estas muestras fueron comparadas con la resina de sacarosa obtenida a partir de azúcar de mesa (usada como precursor en las espumas blanco de comparación). El objetivo de estos análisis fue elegir la melaza que tuviera la mayor similitud en cuanto a grupos funcionales comparada con la resina de sacarosa de control. Los resultados se presentan en la [Figura 33](#).

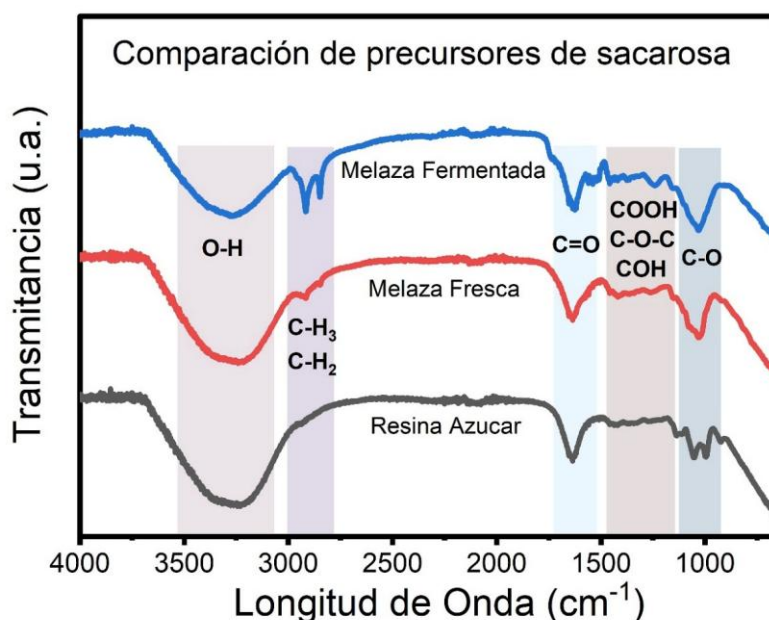
Los resultados exhiben una diferencia significativa en la melaza almacenada por seis meses respecto a las muestras de melaza almacena por tres meses y la resina de sacarosa, la diferencia es la contribución de la señal entre los 2848 cm^{-1} y 2968 cm^{-1} asociada a las vibraciones de estiramiento CH_3 (simétrico) y CH_2 (asimétrico) producto de la fermentación de la melaza (Kanzariya et al., 2024). Los demás grupos funcionales presentes en la melaza y la resina de sacarosa fueron coincidentes, excepto por una pequeña bifurcación de la señal correspondiente a las vibraciones de estiramiento de C-O (entre los 994 y 1053 cm^{-1}) que se observó en la resina de sacarosa, esto se debe al efecto de polimerización del azúcar refinada (Terán, 2018).

Los grupos funcionales coincidentes en las tres muestras fueron: el grupo O-H (3078 cm^{-1} y 3518 cm^{-1}) relacionado con la presencia de agua enlazada en las muestras, los grupos oxigenados C=O, COOH, C-O-C, COH y C-O con presencia entre los 1636 cm^{-1} y 990 cm^{-1} , asociados con la presencia de oxígenos intermoleculares, además son vibraciones comunes en los derivados de azúcares como la fructosa, glucosa y sacarosa (Alvarenga et al., 2023; Erinawati et al., 2025; Nagavenkatesh et al., 2024).

Los precursores de glucosa y sacarosa tienen una estructura polimérica conformada por anillos hexagonales, mientras que en la fructosa los anillos son pentagonales; durante el tratamiento térmico, los anillos de la fructosa puede transformarse de pentagonales a hexagonales, ajustándose a la estructura polimérica de la sacarosa y la glucosa, lo cual promueve el crecimiento de moléculas más grandes que contribuyen a la formación de la resina; este proceso es conocido como polimerización de sacarosa. La reorganización de los átomos de carbono durante el tratamiento térmico favorece la formación de los grupos oxigenados como el hidroxilo (OH), carbonilo (C=O) y carboxilo (COOH) observados en el FTIR (Aup-Ngoen et al., 2024).

Figura 33

Análisis FTIR realizados a muestras de melaza fermentada, melaza fresca y resina de sacarosa a partir de azúcar de mesa.



Los análisis FTIR revelaron que el perfil de composición molecular de la melaza con almacenamiento inferior a tres meses coincide significativamente con el de la resina de sacarosa, obtenida por polimerización de azúcar de mesa en solución de HNO_3 . Esta similitud de composición

molecular se debe principalmente a los tratamientos térmicos durante la producción de panela, ya que la caramelización del jugo de caña se realiza a temperaturas superiores a los 110°C, la sacarosa se descompone en fructosa y glucosa a los 160°C, después ocurre la condensación entre las moléculas de los azúcares, posteriormente ocurre la isomerización, seguida de la fragmentación y finalmente la formación de los furanos que dan el sabor a caramelo en la panela. La melaza se obtiene antes de la condensación de los azúcares, como un subproducto con iniciación polimérica; por tal motivo la melaza está conformada por sacarosa, (~39%), glucosa (~7.4%) y fructuosa (~9%) (Samborska et al., 2021). Teniendo en cuenta estos resultados, la melaza utilizada en esta investigación para la obtención de las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ tuvo un almacenamiento inferior a los tres meses.

3.4.2.2 Análisis de concentración de Sacarosa en Resina de Melaza

El porcentaje de sacarosa es importante para promover la capacidad de adsorción y catálisis de los carbones obtenidos a partir de este precursor, porque aumenta la hidrofiliidad del carbón mediante la presencia de grupos funcionales oxigenados como el hidroxilo (O-H), carboxilo (-COOH), carbonilo (C=O), entre otros; lo cual también mejora la respuesta electroquímica de los carbones, optimizando su uso en el tratamiento de aguas (Aup-Ngoen et al., 2024; Chung et al., 2022).

Los análisis de grados Brix (°Brix) realizados a las resinas de melaza fueron de carácter multivariado, en donde se relacionó los efectos del tiempo de tratamiento térmico (12, 24 y 48h), la concentración inicial (0.2, 0.4 y 0.8 g/L) y el filtrado (SF=Sin filtrar y F=Filtrado), con el objetivo de determinar el porcentaje de sacarosa de mayor aproximación a la resina de control (resina de sacarosa a partir de azúcar refinada, Capítulo 2). De acuerdo con los resultados obtenidos ([Tabla 6](#)), el cambio drástico ocurre entre las 12 y 24 h para las resinas SF con concentración de 0.2 g/mL,

exhibiéndose un aumento de 7.7% a 24.6 % de sacarosa, es decir 3.2 veces mayor a las 24h; por su parte, la resina filtrada (F) bajo tales condiciones (24 h y 0.2 g/mL) alcanza un contenido de sacarosa del 53.8%, lo que corresponde a 2.2 veces la concentración de sacarosa alcanzada con la resinas SF. Lo anterior demuestra que la filtración de la melaza favorece las reacciones de transformación polimérica policíclica de la glucosa, sacarosa y fructuosa presentes en la melaza, al eliminarse el material orgánico suspendido que puede inhibir las transformaciones oligoméricas de la fructuosa y la glucosa, lo anterior se profundiza en el análisis FTIR de estas resinas.

Respecto al efecto de la concentración inicial de melaza, se observó que el proceso de polimerización de la resina de sacarosa a partir de melaza no es lineal, debido a que las muestras con 0.8 g/mL no alcanzaron el mayor porcentaje de sacarosa, por el contrario, este disminuyó respecto a los 0.4 g/mL; lo que conlleva a un efecto umbral en 0.4g/mL, ya que bajo esta concentración se obtuvo el mayor porcentaje de sacarosa (68.8%). Lo anterior evidencia una relación inversamente proporcional entre la concentración de melaza (cuando es mayor de 0.4g/mL) y el porcentaje de sacarosa en la resina, lo cual se debe a efectos como el aumento de la viscosidad, lo cual limita la difusión intramolecular impidiendo la hidrólisis completa para la generación de sacarosa, las impurezas de la melaza como Ca, N y K actúan como catalizadores en la producción de melanoidinas (responsables del color caramelo oscuro) las cuales no se detectan como sacarosa pero sí aumentan el índice de refracción (RI) (Love & Muzzell, 2009).

Por otra parte, la resina obtenida a partir de azúcar refinada mostró mayor porcentaje de sacarosa respecto a la melaza sin tratar, lo anterior es debido a que los procesos de isomerización, fragmentación, cristalización y decoloración se completan para dar como resultado los cristales de azúcar blanco; mientras que en la melaza dicho ordenamiento de la red se ve interrumpido abruptamente al retirar este subproducto del proceso térmico antes de completarse el ciclo hasta la

decoloración. Previo a la decoloración, el licor de azúcar presenta entre 60-64°Brix, posterior a la decolorización los °Brix muestra un porcentaje superior a 70. Por lo tanto, la melaza es un jarabe color caramelo oscuro que afecta el RI y presenta menor porcentaje de sacarosa, sumándose el enfriamiento que conduce a un desorden en la estructura del jarabe de melaza (Donovan, 2003).

Teniendo en cuenta que los °Brix representan principalmente la concentración de la sacarosa y el índice de refracción surge como un indicador sensible a la arquitectura molecular de las resinas revelando el grado de polimerización en el tratamiento térmico, se evidenció que la divergencia entre los °Brix y el RI en concentraciones >0.4 g/mL sugieren una hidrólisis principalmente controlada por la difusión. Lo anterior se sustenta en la comparación de las resinas con concentración de 0.2 y 0.8 g/mL filtradas (F) con tratamiento térmico de 24h, en donde se observó un aumento de los °Brix de ~24% y del RI de ~2% sugiriendo que el RI es más sensible a los cambios estructurales como la formación de enlaces C-O-C presentes en la polimerización de sacarosa (Love & Muzzell, 2009).

Por lo tanto, se concluye que la obtención de la resina de sacarosa a partir de melaza no tiene un comportamiento lineal y que la concentración de 0.4 g/mL, sometida a tratamiento térmico de 24 h a 70°C, son las condiciones en las cuales la resina de melaza exhibe el porcentaje de sacarosa (68.8%) más aproximado al de la resina de control (78.3 %). Con base en lo anterior se confirmó que el diseño experimental que mejor se ajusta a esta investigación es el BBD, debido a la tendencia no lineal en la obtención de la resina precursora del CVR.

Tabla 6

Análisis de ° Brix realizados a muestras de resina de sacarosa obtenidas a través de tratamientos térmicos de 12, 24 y 48h a 70°C. Para las concentraciones (C) de melaza de 0.2, 0.4 y 0.8 g/mL.

12 h SF			12h F		
C (g/mL)	Brix (°)	RI (u. a)	C (g/mL)	Brix (°)	RI (u. a)
0.2	7.7	1.3438	0.2	24.6	1.3709
0.4	13.8	1.3532	0.4	36.1	1.3974
0.8	24.5	1.3707	0.8	39.1	1.3974
24 h SF			24h F		
C (g/mL)	Brix (°)	RI (u. a)	C (g/mL)	Brix (°)	RI (u. a)
0.2	24.6	1.3709	0.2	53.8	1.4274
0.4	25.4	1.3723	0.4	68.8	1.4615
0.8	26.8	1.3748	0.8	66.4	1.4559
48 h SF			48h F		
C (g/mL)	Brix (°)	RI (u. a)	C (g/mL)	Brix (°)	RI (u. a)
0.2	Sólido	-	0.2	46.3	1.4117
0.4	20.7	1.3645	0.4	52.1	1.4239
0.8	27.9	1.3768	0.8	sólido	-
Muestras Control					
Melaza pura				47.6	1.4142
Resina de azúcar refinada				78.3	1.4853

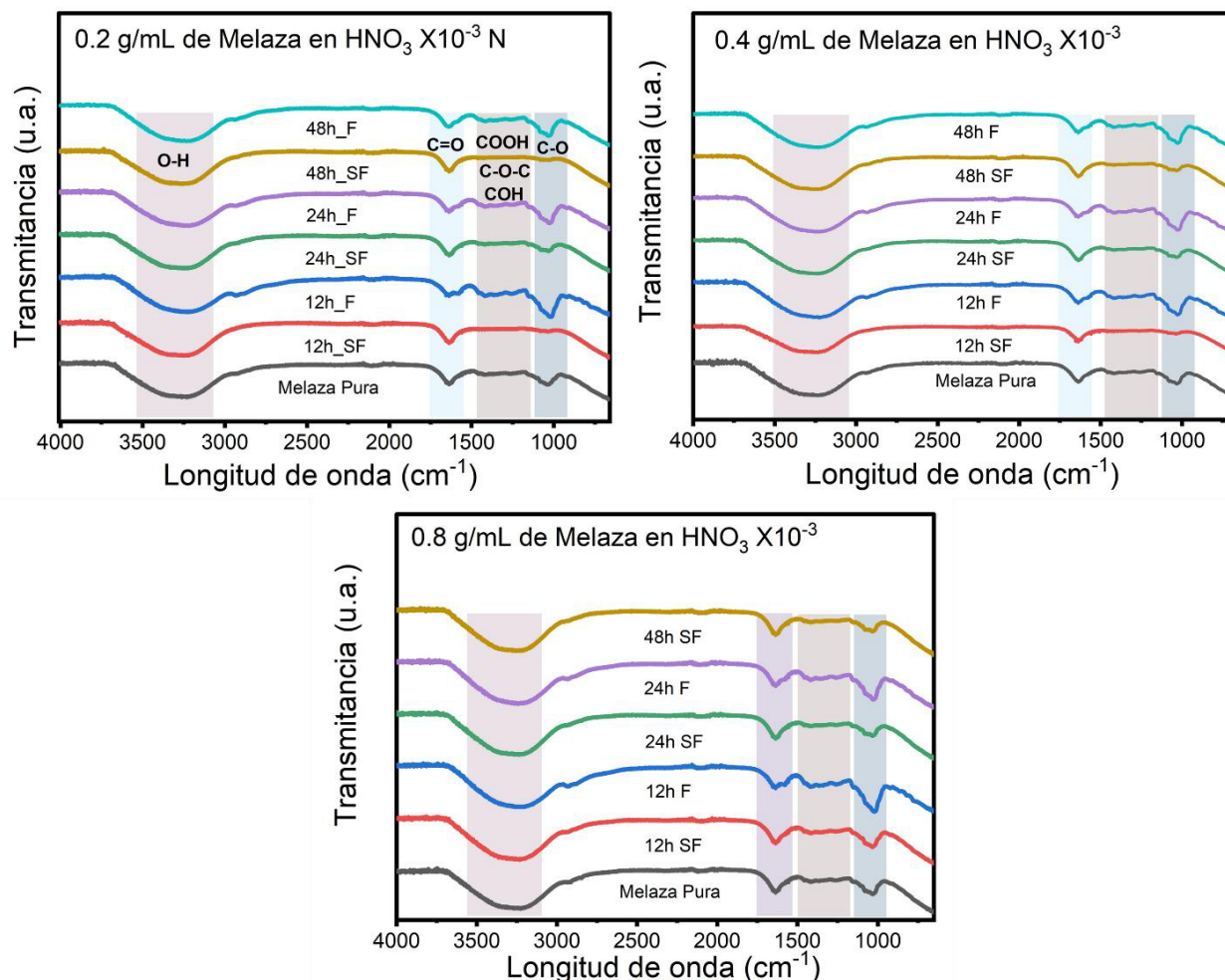
Nota: un grado (°) Brix representa un gramo de sacarosa en 100g de solución, por tal motivo matemáticamente el % de sacarosa $\equiv$ ° Brix. El RI (u. a) es el índice de refracción en unidades arbitrarias.

Se realizaron análisis FTIR a las resinas de melaza a diferentes concentraciones (0.2, 0.4 y 0.8 g/mL) sometidas a tratamientos térmicos (70°C) por intervalos de tiempo de 12, 24 y 48 h, con el fin de caracterizar la composición molecular de las muestras resultantes y así obtener información sobre su posible comportamiento, en cuanto a hidrofiliidad (por la presencia de grupos oxigenados) y posibles interacciones químicas al ser integradas en las plantillas de pseudotallo de banano.

Los resultados se presentan en la [Figura 34](#), se observó que la melaza sin filtrar exhibió ausencia de los grupos oxigenados COOH, COH y C-O-C, ubicados entre los 1150 cm⁻¹ y 1450 cm⁻¹, esta diferencia se debe a que el material orgánico suspendido en la melaza sin filtrar compite con el hidrógeno y los grupos nitrogenados derivados del HNO₃ que favorecen la polimerización de la resina (Terán, 2018); por tal motivo se genera una obstrucción en el reordenamiento de los átomos de carbono interrumpiendo la formación de los grupos oxigenados (COOH, COH y C-O-C) derivados del proceso de polimerización de los azúcares presentes en la melaza. Por lo tanto, y teniendo en cuenta los resultados de °Brix, se definió la melaza filtrada como precursora de la resina de sacarosa.

Figura 34

Análisis FTIR realizados en muestras de resina de sacarosa a partir de melaza. Concentraciones de 0.2, 0.4 y 0.8 g/mL, por intervalos de 12, 24 y 48 h, sostenidas a 70°C.



3.4.2.3 Determinación de Factores y Construcción de la matriz BBD para el RSM

Obtenidos los resultados preliminares se procedió a construir la matriz del BBD, para tal fin se determinaron tres factores y sus respectivos niveles. El factor A: Concentración de melaza (g/mL); factor B: Tiempo de tratamiento térmico (h) y factor (C): Plantilla de Sacrificio (con y sin corteza). Se estableció como límite superior (+1) la concentración a 0.8 g/mL y 40 h de tratamiento térmico;

como límite inferior (-1) la concentración a 0.2 g/mL y 24 h de tratamiento térmico y, los bordes (0) fueron 0.4 g/mL y 36 h de tratamiento térmico. Lo anterior fue seleccionado teniendo en cuenta que el BBD se basa en excluir los extremos por considerarse que en ellos no está la respuesta objetivo, para este caso las 48 h de tratamiento térmico fueron descartadas, como se presenta en la [Tabla 7](#).

Tabla 7

Factores y niveles establecidos para la construcción de la matriz BBD.

Factor	Descripción	Nivel Inferior (-1)	Nivel Central (0)	Nivel Superior (+1)
A	Concentración de melaza g/mL	0.2	0.4	0.8
B	Tiempo de tratamiento térmico (h)	24	36	40
C	Plantilla de pseudotallo de banano	Sin Corteza (SC)	-	Con Corteza (CC)

Con los factores y los niveles establecidos se obtuvo la matriz de experimentación con sus respectivas réplicas, la matriz tuvo un total de 19 experimentaciones sugeridas por el BBD, como se presenta en el [Apéndice C, tabla 1](#). Los resultados de los experimentos propuestos por el BBD valorados con una métrica de 1-5 ([ver Apéndice C, Tabla 2](#)) fueron analizados mediante el RSM utilizando Design-Expert software 13.0.0, Stat-Ease 360.

La significancia de los factores para la respuesta óptima fue identificada a través de ANOVA como se presenta en la [Tabla 8](#). Mediante estos análisis se pudo observar que la falta de ajuste de datos (Lack of fit) obtuvo un valor-P mayor a 0.050 (no significativo) señalando que el modelo no omitió términos críticos y todos los datos experimentales fueron ajustados y modelados; el análisis también determinó los factores significativos para una impregnación óptima (valor-P menores a 0.050), observándose que la concentración de melaza y el tiempo de tratamiento son factores

significativos; mientras que la plantilla de sacrificio no es significativa; esto se debe a que en los resultados experimentales, la impregnación de las plantillas (CC o SC) dependió directamente del tipo de resina obtenida más no del tipo de plantilla sometida a la impregnación (Ver [Apéndice C, Tabla 2](#)).

Así mismo, la correlación AB fue significativa (melaza y tiempo), mientras que AC y BC no fueron significativas, confirmándose que las plantillas no tienen correlación con la concentración de melaza ni con el tiempo de tratamiento térmico; mientras que el A^2 fue significativo, indicando la importancia de la concentración de melaza, el cuadrado del tiempo de tratamiento térmico (B^2) no fue significativo.

Tabla 8

Análisis de varianza (ANOVA) del modelo cuadrático de la superficie de respuesta (RSM) para la eficiencia en la impregnación de resina de sacarosa a partir de melaza.

Fuente	Valor-P	Observaciones
Modelo	< 0.0001	Significativo
A-Melaza	< 0.0001	Significativo
B-Tiempo	0.0070	Significativo
C-Plantilla	0.1320	No Significativo
AB	< 0.0001	Significativo
AC	0.5540	No Significativo
BC	0.2735	No Significativo
A^2	0.0012	Significativo
B^2	0.4662	No Significativo
Falta de ajuste	0.3661	No Significativo

Obtenida la significancia de los factores, se procedió a la obtención del modelo matemático. Los valores de predicción de respuesta óptima (para tendencias no lineales) son expresados cuantitativamente a través del modelo matemático polinomial de segundo orden expuesto en la [Ecuación 9](#). Según el ANOVA la ecuación de rendimiento predicha dado cada nivel y cada factor significativo es:

$$Y (\text{Impregnación óptima}) = 3 - 0.92A + 0.23B + 0.08C - 1.04AB - 0.50A^2$$

De acuerdo con la ecuación de rendimiento, Y corresponde a la respuesta objetivo, es decir la impregnación óptima; 3 es el intercepto y representa el valor de impregnación (en escala 1-5 unidades) que se espera en los bordes (nivel central para A y B), es decir cuando $A=0.4$ g/mL y $B=36$ h; por su parte el valor de -0.92 indica que por cada unidad de A que aumente, la respuesta disminuirá en 0.92 unidades, es decir que se debe evitar llevar la concentración de melaza a valores extremos (0.8 g/mL para este caso), de lo contrario disminuirá considerablemente la impregnación; el valor de B fue 0.23, indicando que un aumento del tiempo de tratamiento térmico aumenta la respuesta en 0.23 unidades; el valor de 0.03 en C se asocia con una incidencia estadísticamente mínima en la respuesta objetivo, dado que al cambiar la plantilla SC por CC sólo aumentará en 0.08 unidades la impregnación.

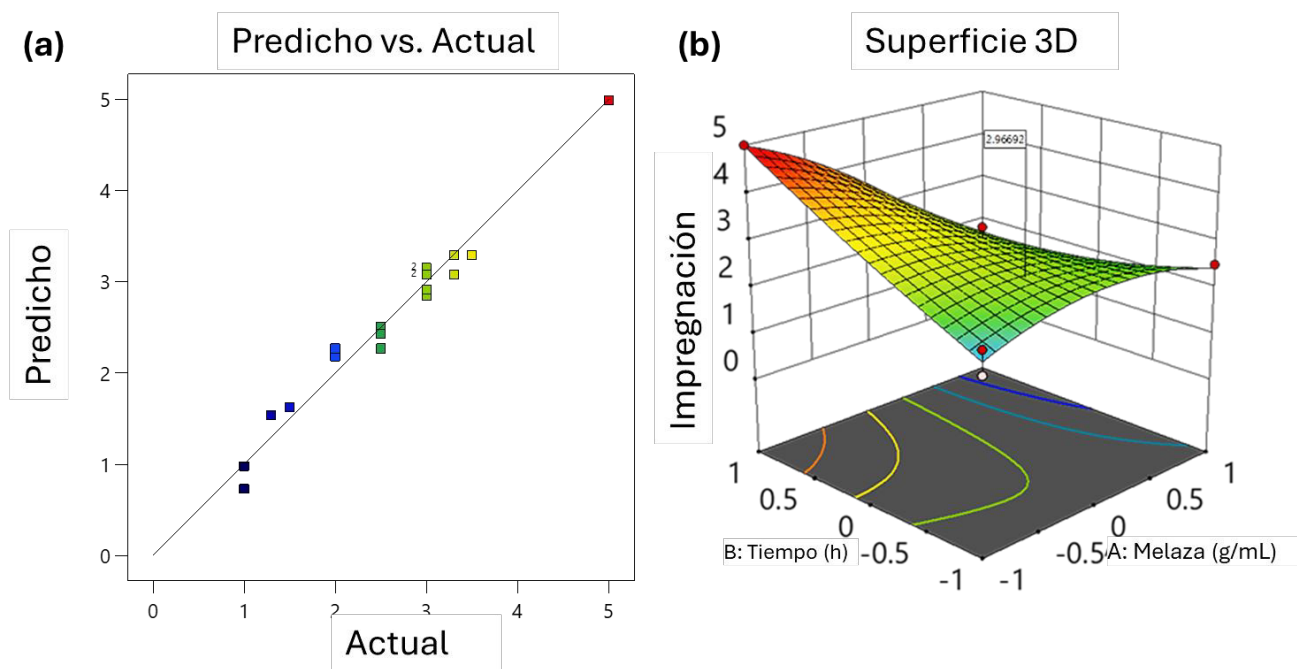
Respecto a los coeficientes de correlación AB, el valor obtenido fue -1.04 indicando que al aumentar la concentración de melaza y el tiempo de tratamiento térmico, la respuesta disminuirá drásticamente en 1.04 unidades; por lo tanto, el efecto de la combinación entre A y B es más negativo que sus efectos individuales. Por último, A^2 corresponde al término cuadrático del modelo matemático, se obtuvo un valor de -0.50, lo cual significa que la relación entre la concentración de melaza y la impregnación tiene forma cóncava hacia abajo, por lo tanto, A tiene un punto máximo (valor óptimo) después del cual la impregnación disminuye (Mohammad et al., 2019).

De acuerdo con los análisis exportados por el software (Design-Expert software 13.0.0, Stat-Ease 360) el modelo RSM exhibió un R^2 ajustado de 0.95 indicando que el 95% de la variabilidad en la impregnación es explicada por el modelo, el R^2 predicho fue de 0.89 sugiriendo que el modelo tiene alta capacidad predictiva para nuevos datos; adicionalmente se obtuvo una precisión de 28 (lo deseable es una precisión mayor a 4) indicando que el modelo es adecuado para navegar los resultados experimentales, tal y como se evidencia en la [Figura 35a](#).

Los resultados de ANOVA demostraron que los datos actuales vs. los predichos se aproximan a la línea de referencia ($Y=X$) ([Figura 35a](#)), validando la robustez del método en cuanto a la buena correlación entre los datos obtenidos en la experimentación real (actual) y los predichos por el modelo; por su parte, los análisis de optimización del RSM expresados en la gráfica 3D ([Figura 35b](#)) exhibieron una relación no lineal entre los factores (A, B y C) y la respuesta (Impregnación) demostrada con la curvatura que indicó un punto óptimo (no linealidad), el análisis RSM predijo que el valor óptimo de impregnación (5) está dado en (-1,+1,+1), es decir **cuando A = 0.2 g/mL, B = 40 h y C = CC**, con una predicción de 4.8/5.

Figura 35

Análisis de Método de superficie de Respuesta (RSM). (a) análisis lineal de los datos actuales (experimentales) vs. los predichos por el RSM; (b) representación en 3D de la superficie de respuesta.



Nota: Las gráficas y los análisis fueron obtenidas utilizando Design-Expert software 13.0.0, Stat-Ease 360.

Obtenidos los valores predichos por el RSM para una impregnación óptima, se procedió a realizar la comprobación de dicha predicción, para tal fin se realizaron ensayos de cinco repeticiones de impregnación de plantillas con resinas sintetizadas bajo los parámetros de concentración de melaza a 0.2 g/mL, tiempo de tratamiento térmico de 40 h y plantilla de pseudotallo con corteza (CC). Los resultados fueron que los valores predichos por el RSM concuerdan con la obtención de plantillas impregnadas completa y uniformemente, como se presentara en la sección de síntesis del CVR.

3.4.2.4 Análisis de Viscosidad Dinámica y Cinemática en Resinas de Sacarosa a Partir de Melaza

Con el objetivo de complementar los resultados anteriores sobre la obtención de la resina predicha por el RSM, se realizaron análisis de viscosidad a las resinas obtenidas a diferentes concentraciones (0.2, 0.4 y 0.8 g/mL), dado que, de acuerdo con el modelo matemático descrito por el ANOVA, la concentración fue el factor de mayor incidencia en la impregnación. Para estos análisis el tiempo de tratamiento térmico fue 40h (predicho por el RSM) a 70°C.

La importancia de la relación entre viscosidad dinámica (η) y cinemática (ν) en un proceso de impregnación de materiales porosos radica en que la viscosidad dinámica está relacionada con la resistencia interna de un fluido al fluir bajo una fuerza cortante (adherencia), mientras que la viscosidad cinemática tiene en cuenta la densidad del fluido y proporciona una medida de la fluidez relativa de un fluido (recubrimiento) (Abdulnagimov et al., 2022); por lo tanto, el equilibrio entre la viscosidad dinámica y cinemática garantiza que la resina se desplace uniformemente sobre la plantilla de tal manera que su resistencia al flujo permita la adherencia, dando lugar a una impregnación efectiva.

Los resultados de viscosidad cinemática y dinámica se presentan en la [Tabla 9](#), en donde se aprecia que los valores entre las dos viscosidades son cercanos en la concentración de 0.2 g/mL denotando un equilibrio entre los efectos de adherencia y recubrimiento, lo cual implica una relación favorable para la impregnación de las plantillas de pseudotallo de melaza. Adicionalmente, se observó que la densidad aumenta en la medida que aumenta la concentración de melaza, lo cual es de esperarse porque aumenta la cantidad de materia sólida en la solución de melaza y $\text{HNO}_3 \times 10^{-3}$, mientras que el comportamiento no lineal se hace evidente en la viscosidad cinemática, al aumentar de forma desproporcional a los 0.8 g/mL, los resultados demuestran que el comportamiento de las

resinas está dominado por la viscosidad dinámica, lo que implica que los cambios en dicha viscosidad son el motor principal para la impregnación.

Lo anterior complementó los resultados RSM, demostrando las diferencias de viscosidad y posibilidad de impregnación entre las resinas obtenidas para cada concentración, más allá de la variación del tiempo de tratamiento térmico, por lo tanto, se confirmó que el valor de concentración 0.2 g/mL predicho por el RSM fue acertado.

Tabla 9

Análisis de viscosidad dinámica y cinemática realizada a resina de sacarosa obtenidas a partir de tratamientos térmicos a 70°C con sostenimiento de 40 h.

Concentración	Viscosidad Dinámica	Densidad	Viscosidad Cinemática
(g/mL)	(cP)	(g/mL)	(cSt)
0.2	3700	1.188	3114
0.4	4570	1.207	3787
0.8	25400	1.299	19545

3.4.3 Obtención del CVR

El resultado de los procesos térmicos de curado y carbonización de las plantillas de pseudotallo impregnadas con resina de melaza fueron piezas prismáticas de CVR con pesos individuales de aproximadamente 0.075 g ([Figura 36](#)).

Figura 36

Fotografías de plantilla de sacrificio (pseudotallo de banano) impregnadas con resina de melaza sometida a tratamiento térmico de curado (Izquierda); CVR obtenido después de los tratamientos térmicos de curado y carbonización (derecha).



Los análisis TG y DSC se realizaron a tres muestras: Pseudotallo sin resina (SR), pseudotallo impregnado con resina de azúcar (RA) y pseudotallo impregnado con resina de melaza (RM). De acuerdo con los resultados TG (Figura 37), las tres muestras presentan una primera disminución de su masa del ~9% entre los 33 y 100 °C; esta primera etapa corresponde a la pérdida de masa por evaporación de agua o pérdida de humedad (Ruiz-Velducea H. A. et al., 2024). Lo anterior se debe a la naturaleza del pseudotallo de banano que está conformado por capilares o fibras por las cuales circula agua, humedad y nutrientes, tales conductos favorecen la morfología porosa del CVR (Sango et al., 2018).

La segunda etapa, comprendida entre los ~230 y 400 °C corresponde a la descomposición de volátiles y polímeros como la celulosa, hemicelulosa y lignocelulosa. La primera en descomponerse es la hemicelulosa y parte de la celulosa que se degradan en unidades de glicósilo que luego se

transforman en carbón; la lignina se descompone gradualmente hasta los 600°C (Tejada-Tovar et al., 2023).

En esta etapa, se observaron diferencias entre las plantillas; las plantillas modificada con resina de melaza (RM), mostraron una pérdida de ~36.4% entre los 230 y 340 °C, mientras que las plantillas de pseudotallo sin resina (SR) mostraron una pérdida del ~45% entre los 250 y 380°C y la plantilla con resina de azúcar (RA) presentó una pérdida de ~48.5% entre los 250 y 380°C. Teniendo en cuenta que el pseudotallo de banano contiene aproximadamente un 44.93% de celulosa, un 23.7% de hemicelulosa y un 11.1% de lignina (Bedru et al., 2024), es de esperarse las pérdidas en porcentaje de masa obtenidas en esta investigación, lo cual concuerda con la literatura referida.

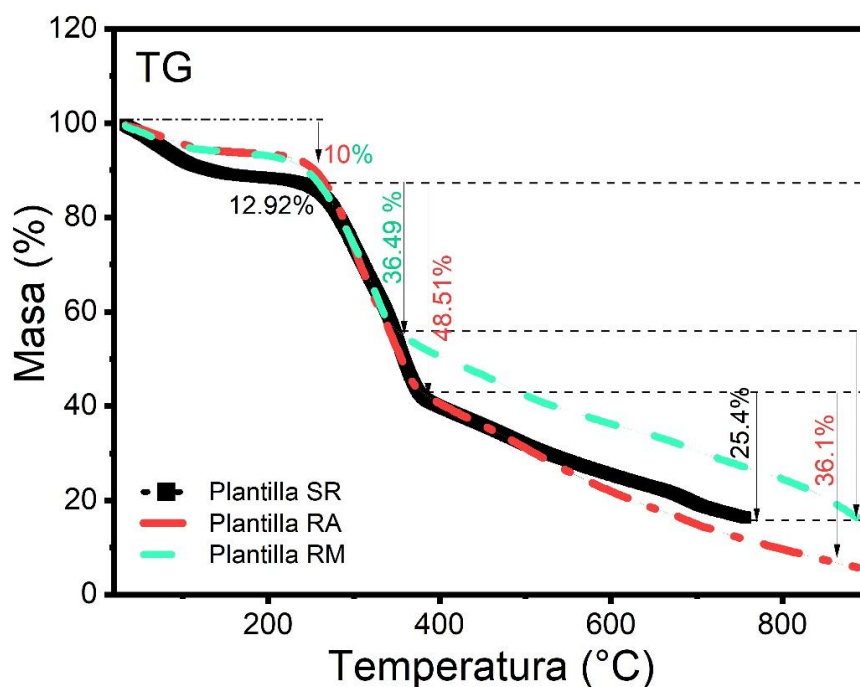
Es importante mencionar que en la segunda etapa, la plantilla RM presentó la menor pérdida de masa, lo cual puede relacionarse con el hecho de que la melaza es un subproducto de la producción de panela, por lo tanto, esta materia prima contiene mayor número de ácidos orgánicos que generan entrecruzamientos moleculares fuertes en el proceso de polimerización de la resina, haciendo un red más rígida y estable, lo cual disminuye la pérdida de peso por volátiles (Samborska et al., 2021), mientras que el azúcar es un producto refinado con mayor porcentaje de CO₂ y OH que se volatilizan a temperaturas desde los 100°C (Nicholas P. Cheremisinoff, 2008). Lo anterior se confirma con el hecho de que la plantilla de pseudotallo sin resina y la plantilla con resina a partir de melaza tienen el mismo rendimiento final de acuerdo con el TG, mientras que la plantilla con resina a partir de azúcar tiene un menor rendimiento.

La última fase que va desde los 400 a los 887°C corresponde a la formación de carbón y cenizas. Para la plantilla de pseudotallo sin resina (SR) y pseudotallo con resina de melaza (RM) el rendimiento final fue del ~16.7%; mientras que para la plantilla con resina de azúcar (RA) fue a penas del ~5.14%. Los resultados obtenidos en esta investigación son coincidentes con las

investigaciones de TG realizadas al pseudotallo de banano por otros autores, en donde la pérdida inicial de peso por humedad fue del $\sim 10\%$ entre los 50 y 280°C, seguidos de una pérdida del $\sim 75\%$ entre los 280 y 515°C, dando un rendimiento final inferior al 20% (Nguyen Thi et al., 2024).

Figura 37

Análisis TG realizados a las plantillas de pseudotallo sin resina (SR), impregnada con resina a partir de azúcar (RA) e impregnada con resina a partir de melaza (RM).



Respecto a otros biocarbones y de acuerdo con la revisión realizada por Sharma et al. (2024), los rendimientos en biomásas similares al pseudotallo de banano, como el bagazo (mezcla de diferentes residuos leñosos), el bagazo de caña de azúcar y el tallo de algodón presentan rendimientos de biocarbón del 9.8, 15.3 y 19.2% aprox. Por su parte, los autores (Darmawan et al., 2024), reportaron que el rendimiento de resina de sacarosa es del $\sim 20\%$ en ambiente de N_2 . Por lo tanto, los resultados obtenidos para las tres plantillas están dentro del rango expuesto en la literatura.

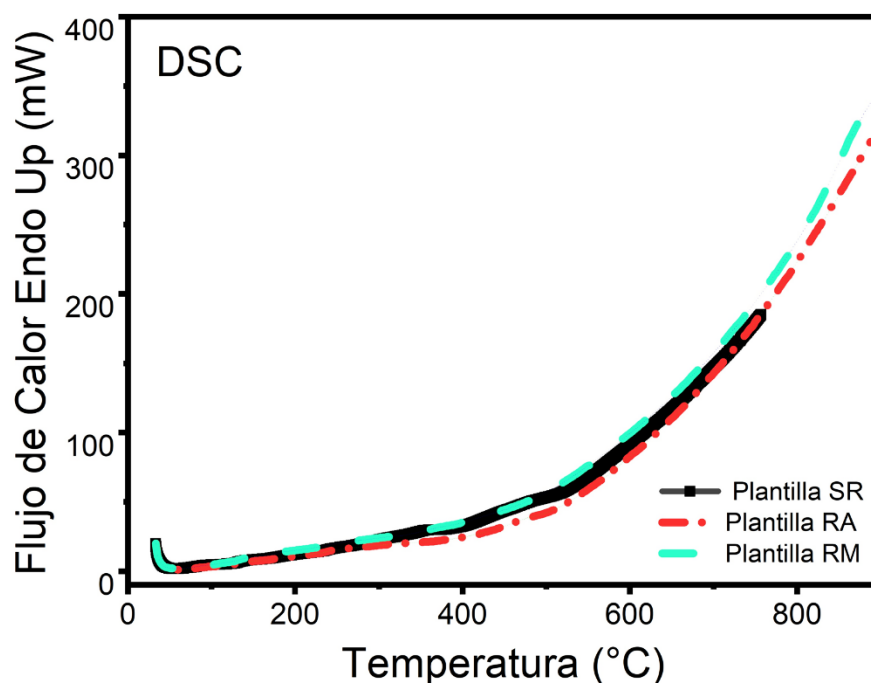
Los resultados DSC de los carbones SR, RA y RM se presentan en la [Figura 38](#), se observa un comportamiento similar entre las tres plantillas, que parte de una reacción exotérmica, seguida de un crecimiento continuo con algunas oscilaciones suaves, lo cual indica reacciones controladas y buena organización estructural de los CVR's. Los datos son de tipo "Endo Up", por lo tanto, los picos hacia abajo representan procesos exotérmicos y los picos hacia arriba representan procesos endotérmicos. El principal pico exotérmico ocurre entre los ~ 33 y 58°C con una disminución de flujo de calor de 19.9 a 1.8 mW debido a la evaporación de la humedad y la eliminación de volátiles ligeros (Tiwari et al., 2023). La siguiente etapa es un proceso endotérmico, representado por un aumento en el flujo de calor hasta llegar a los 30 mW en el rango de los 58° y 400°C , aquí ocurre la descomposición de elementos orgánicos restantes como la celulosa, hemicelulosa y lignina, es de notar algunas inflexiones de tendencia exotérmica que indican la liberación de compuestos volátiles alterando la capacidad calorífica del sistema, este comportamiento concuerda con otros autores que analizaron el DSC en biocarbones de bagazo de agave, bagazo de caña de azúcar y el aserrín de pino (Ruiz-Velducea H. A. et al., 2024; Zhang et al., 2022).

La tercera etapa ocurre entre los 400 y 887°C , se prevé la fragmentación catalítica, la liberación de pequeñas moléculas de carbón (CO y CO_2) y la reestructuración de los átomos de carbono fijo (Yan et al., 2024). En los resultados se observa un flujo de calor que difiere para cada CVR, el flujo de calor para el CVR SR es de 185 mW, para el CVR RA es de 309.73 mW y para el CVR RM es de 337.40 mW, esto se debe a la composición de cada plantilla, pues la composición más compleja es la que contiene RM debido a que la melaza es un jarabe subproducto de la panela, mientras que la RA es un producto refinado en donde las impurezas son eliminadas debido a su uso alimenticio; por su parte la plantilla SR no contiene más elementos que se puedan volatilizar,

fragmentar o cristalizar, fuera de los compuestos orgánicos del pseudotallo de banano (principalmente humedad, celulosa, hemicelulosa y lignina), como se describió en los análisis TG.

Figura 38

Análisis DSC realizados a las plantillas de pseudotallo sin resina (SR), impregnada con resina a partir de azúcar (RA) e impregnada con resina a partir de melaza (RM).



Se realizaron análisis FTIR para caracterizar la descomposición de especies químicas en las plantillas de pseudotallo con resina de melaza (RM) y validar los resultados TG y DSC respecto a la presencia de grupos funcionales no volátiles relacionados con la melaza. Para tal fin, las plantillas RM fueron sometidas a tratamientos térmicos a las temperaturas que exhibieron puntos de inflexión en los resultados TG (200, 400 y 1000 °C). Las muestras RM sometidas a 200°C tuvieron una rampa de calentamiento de 1°C/min con un sostenimiento de 1h (de acuerdo con la metodología de curado), las espumas sometidas a 400°C y 1000°C tuvieron una rampa de calentamiento de 5°C/min con 1h

de sostenimiento en ambiente inerte con flujo de N_2 (de acuerdo con la metodología de carbonización y sinterización de las espumas blanco).

Los resultados obtenidos se presentan en la [Figura 39](#). Como se puede observar, la plantilla sometida a $200^\circ C$ tiene presencia del grupo O-H en $\sim 3300\text{ cm}^{-1}$ asociado a los hidroxilos y agua enlazada; la señal en 2924 cm^{-1} corresponde a la vibración de estiramiento del grupo C-H del sp^3 (Quiroz-Estrada et al., 2025; Wen et al., 2024); las vibraciones de triple enlace de carbono $C\equiv C$ se asignan al pico 2217 cm^{-1} (Nandiyanto et al., 2019); la señal 1624 cm^{-1} se atribuye a las vibraciones simétricas de estiramiento del grupo $C=O$ asociadas a ácidos carboxílicos; la presencia de los picos a 1323 cm^{-1} , 1015 cm^{-1} y 800 cm^{-1} se atribuye a las vibraciones de los grupos C-N, C-O y C-H respectivamente, asociadas a los precursores de sacarosa y pseudotallo de banano (Erinawati et al., 2025; Misran et al., 2022; Tian et al., 2025).

La descomposición de grupos funcionales comienza a ser evidente en las muestras sometidas a $400^\circ C$, especialmente en las señales asignadas a los grupos $C=O$ y C-O relacionados con la melaza, mientras que la señal asignada al grupo $C\equiv C$ aumentó en intensidad, este comportamiento se relaciona con la carbonización. Lo anterior va en concordancia con los resultados TG que muestran una pérdida de peso superior al 36 % entre los $10^\circ C$ y $400^\circ C$ en todas las plantillas, debido a la descomposición de especies volátiles. Para las plantillas sometidas a $1000^\circ C$, fue evidente la ausencia de los grupos O-H, $C=O$, C-N, C-O y CH, demostrando la eliminación de grupos aromáticos relacionados con la celulosa, lignina, hemicelulosa y melaza; mientras que se hizo más prominente el grupo $C\equiv C$ y la presencia de la señal en 1380 cm^{-1} asociada al grupo $-COOH$ (Bazargan et al., 2025).

La presencia de estos grupos funcionales se debe a que los precursores de sacarosa están compuestos por estructuras poliméricas con anillos de seis carbonos, que al ser sometidas a

Figura 39

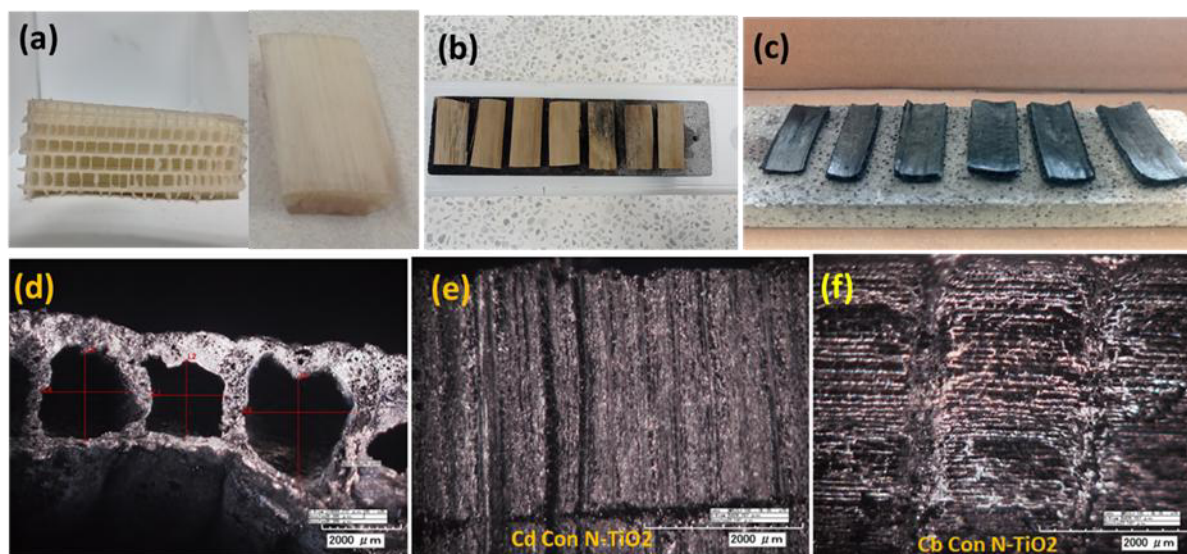
3.4.4 Caracterización Fisicoquímica de las Espumas CVR y CVR/N-TiO₂

3.4.4.1 Micrografías ópticas

En la [Figura 40](#) se presentan algunas micrografías ópticas de muestras de pseudotallo en diferentes etapas de síntesis: pseudotallo en verde con y sin la corteza vegetal externa ([Figura 40a](#)); piezas obtenidas después ser secadas al sol y sumergidas en la resina de sacarosa a partir de melaza ([Figura 40b](#)), piezas carbonizadas ([Figura 40c](#)) y finalmente, piezas recubiertas con N-TiO₂ [Figuras 40d, 40e, 40f](#)). Se observa que la morfología reticular del pseudotallo ([Figura 40a](#)) se mantiene durante las etapas de curado, carbonización y recubrimiento con N-TiO₂ ([Figura 40d](#)). La morfología reticular representa los macroporos de la estructura porosa del CVR/N-TiO₂ con tamaños promedio de 2295 μm ([Figura 40d](#)).

Figura 40

Micrografías ópticas de muestras de y CVR/N-TiO₂, en diferentes etapas de síntesis. (a) sin tratamiento; (b) curado; (c) recubierto, carbonizado y sinterizado; (d) CVR, micrografía 80 x; (e) CVR/N-TiO₂ cara anterior, micrografía 40 x; (f) CVR/N-TiO₂ cara posterior, micrografía 40 x.



Nota: Las micrografías fueron realizadas utilizando un microscopio óptico digital 3D HIROX 7700 con resolución de ± 1 micra mediante el uso del software Eye Dinamic Plus 3D.

3.4.4.2 Micrografías FESEM

Se realizaron análisis FESEM con el fin de identificar las diferencias morfológicas y de composición entre las espumas CVR y CVR/N-TiO₂. Para realizar los análisis FESEM a las muestras se le realizaron cortes de superficie para analizar las capas internas de las espumas (sección reticular) y así confirmar que la resina y el recubrimiento ingresaban a los poros internos de los CVR y CVR/N-TiO₂, estos cortes se hicieron después de sintetizadas las espumas y permiten apreciar la sección externa (sección con corteza) y la sección interna (sección reticular) de las espumas.

En la [Figura 41](#) se presentan los resultados de las espumas CVR obtenidas al carbonizar el pseudotallo sin resina de melaza y sin recubrimiento de N-TiO₂. En la [Figura 41a](#) se presenta la espuma CVR con un corte transversal, realizado para apreciar la sección con corteza (superficie del CVR) y sección reticular (región interna del CVR) a través de micrografías FESEM; la [Figura 41b](#) representa la zona de corte transversal a 200X; la [Figura 41c](#) representa los retículos a 350X; la [Figura 41d](#) exhibe la sección con corteza a 800X; la [Figura 41e](#) representa la sección con corteza a 50,000X y la [Figura 41f](#) representa la sección con corteza a 100,000X.

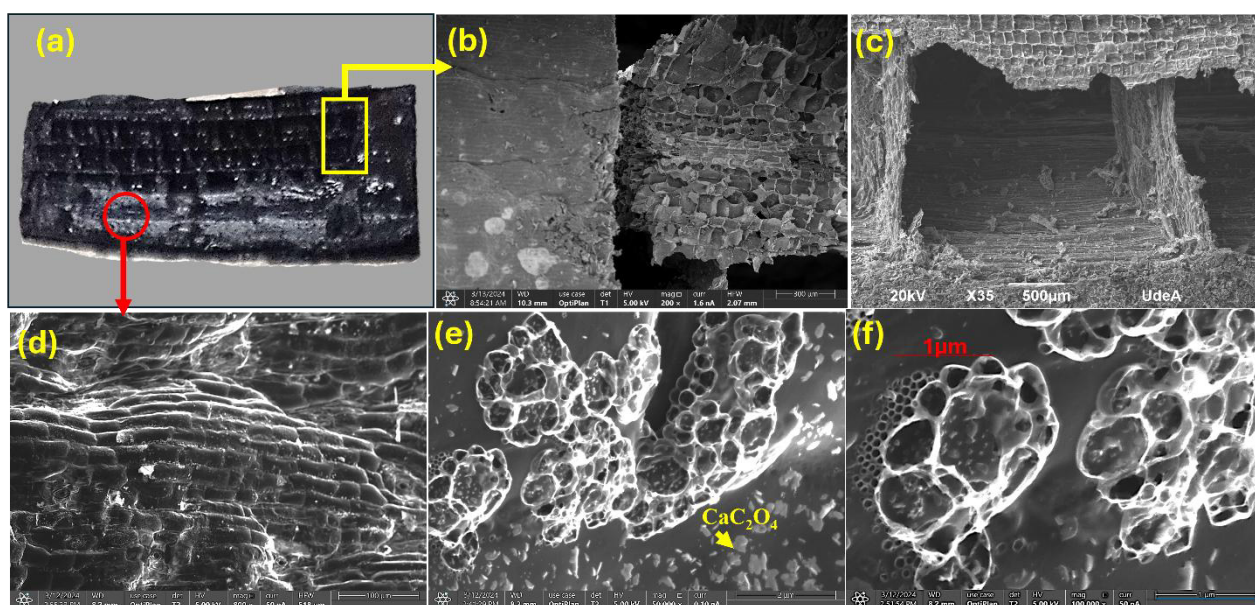
De acuerdo con los resultados, las espumas exhibieron una estructura reticular ([Figura 41a](#), [41b](#) y [41c](#)), los ligamentos de estos retículos distan de ser densos, por lo tanto, están compuestos de poros con diámetros inferiores a los 50 nm lo cual corresponde a mesoporos y microporos que recorren por completo los ligamentos a lo largo de toda la estructura. Por su parte, la sección con corteza o capa externa ([Figuras 41d](#), [401](#) y [41f](#)) presenta retículos con porosidades inferiores a 0.2 μm . La variedad de poros en un material favorece su capacidad adsorbente; sin embargo, moléculas

con tamaños superiores a los $0.2\ \mu\text{m}$ no podrían difundirse por los poros de este tamaño, tendrían que encontrar su lugar en los retículos o mesoporos con diámetros mayores.

Adicionalmente, en la Figuras 41e se señalan algunas partículas asociadas a la presencia de carbonato de calcio (CaCO_3), lo cual se profundiza en los análisis DRX.

Figura 41

Micrografías FESEM realizadas a los CVR obtenidos sin resina de melaza ni recubrimiento de N-TiO_2 .



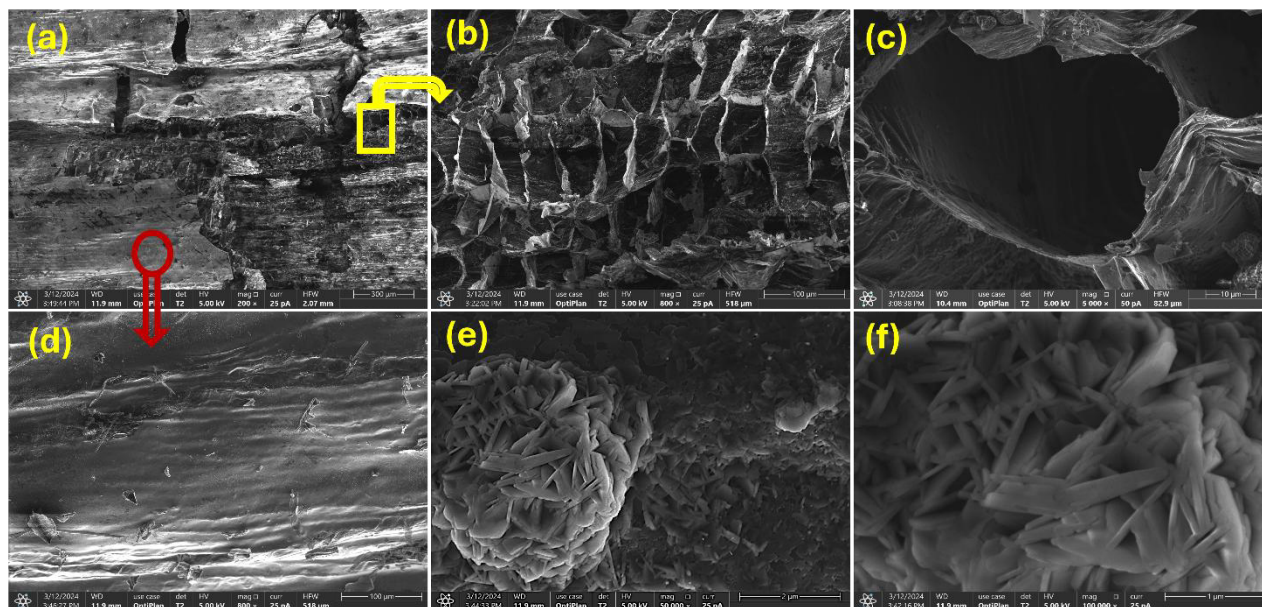
Las micrografías de los CVR sintetizado con resina de sacarosa a partir de melaza se presenta en la Figura 42. La Figura 42a representa la espuma CVR con un corte transversal, realizado para apreciar la sección con corteza (superficie del CVR) y sección reticular (región interna del CVR) a través de micrografías FESEM a 200X; en la Figura 42b se presenta la sección reticular a 800X; la Figura 42c representa los retículos a 5,000X; en la Figura 42d se presenta la sección con corteza a 800X; en la Figura 42e se exhibe la sección con corteza a 50,000X y en la Figura 42f se presenta la sección con corteza a 100,000X.

En las micrografías se observó que en la sección reticular se conserva la porosidad de las espumas (Figura 42a, 42b, 42c); mientras que la sección con corteza (Figuras 42d, 42e y 42f) la resina de melaza presenta un crecimiento de cristales en forma de agujas, que modifican el área superficial de esta sección, estas agujas se asocian a los derivados de oxalatos (como el carbonato de calcio) presentes en cortezas vegetales.

Los cristales de oxalato de calcio (CaC_2O_4) están presentes en el pseudotallo de banano en forma de rafuros (agujas), en el estudio realizado por Zhang et al. (2024), los investigadores tomaron muestras de un cultivo de banano y aislaron las vesículas que contenían rafuros de oxalato de calcio, los cristales fueron observados en los idioblastos del pseudotallo a través de microscopía electrónica de transmisión (TEM) y microscopía confocal de barrido láser (CLSM), en la investigación se informó que matrices solubles en agua como los polisacáridos promueven la formación de cristales al rodear los rafuros de oxalato de calcio. Lo anterior se pudo confirmar en la presente investigación mediante los cristales observados en los resultados de micrografía FESEM y en el mapeo de Ca realizados al CVR a partir de resina melaza (Ver Apéndice D).

Figura 42

Micrografías FESEM realizadas a los CVR obtenidos a partir de plantillas de pseudotallo y resina de melaza (sin recubrimiento de N-TiO₂).



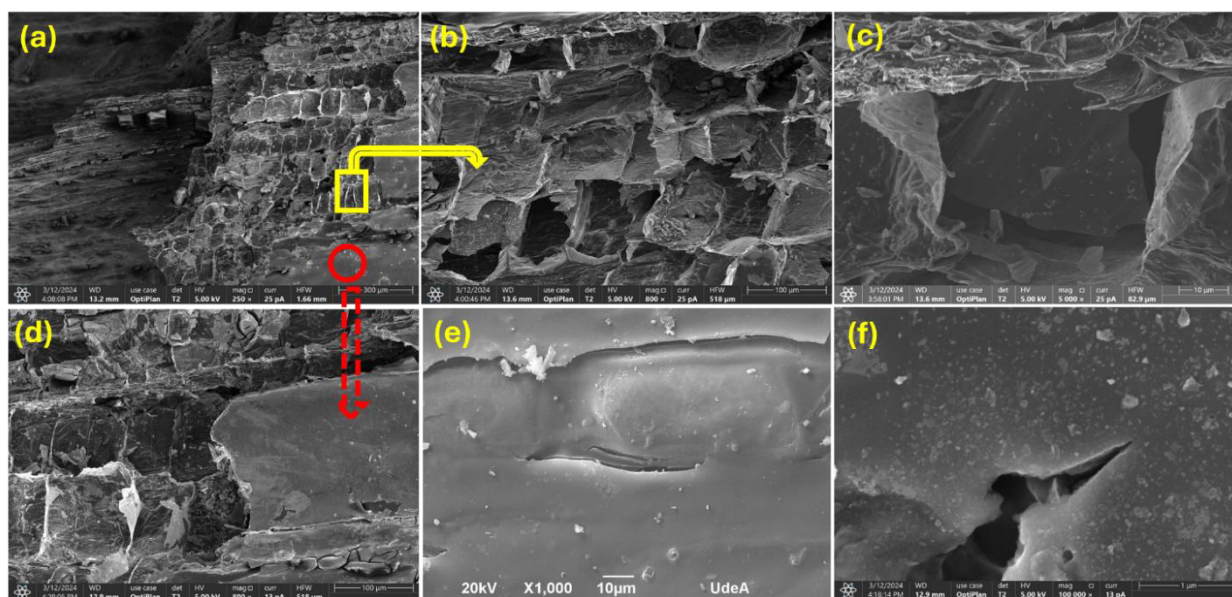
Las micrografías FESEM de los CVR/N-TiO₂ obtenidos a partir de CVR de pseudotallo de banano y resina de melaza que posteriormente fueron recubiertos con N-TiO₂, se presentan en la [Figura 43](#). La [Figura 43a](#) corresponde a la espuma CVR/N-TiO₂ con un corte transversal, realizado para apreciar la sección con corteza (superficie del CVR/N-TiO₂) y sección reticular (región interna del CVR/N-TiO₂) a 250X; las [Figuras 43b y 43c](#) exhiben la sección reticular a 800X y 5,000X, respectivamente; la [Figura 43d](#) representa la sección con corteza a 800X, la [Figura 43e](#) representa la sección con corteza a 10,000X y la [Figura 43f](#) representa la sección con corteza a 100,000X.

De acuerdo con los resultados, el N-TiO₂ ingresa efectivamente a los retículos de las espumas ([Figura 43a, 43b y 43c](#)); No obstante, se observó taponamientos en algunos microporos ([Figuras 43b y 43c](#)), lo cual puede afectar la capacidad de adsorción de las espumas respecto a los CVR sin recubrir. Por su parte, en la sección con corteza ([Figuras 43d, 43e y 43f](#)), el CVR/N-TiO₂ exhibió

un recubrimiento uniforme como se puede corroborar con el mapeo de Ti ([Apéndice D](#)), muy similar a las espumas blanco. Lo anterior confirma que incluso con poros más pequeños que en las espumas blanco, el sol-gel de N-TiO₂ logró ingresar a la estructura interna del CVR, recubriendo las paredes internas de los retículos, con la salvedad de algunos microporos con incrustaciones del N-TiO₂ como se observa en la [Figura 43b](#).

Figura 43

Micrografías FESEM, a diferentes aumentos, de CVR/N-TiO₂ obtenidos a partir de plantilla de pseudotallo de banano y resina de melaza.



3.4.4.3 Análisis EDS

Los análisis EDS realizados a las espumas de CVR sin resina ni recubrimiento ([Figura 44a](#)), fueron llevados a cabo en dos secciones: una en la sección reticular (región 1) y otra con corteza (región 2). De acuerdo con los resultados, los elementos presentes en la superficie de las muestras son C, O, Mg, Si, P, K y Ca. En la [Tabla 10](#) se presentan los análisis EDS semicuantitativos, los cuales evidencian algunas diferencias composicionales entre las dos zonas analizadas,

encontrándose que los porcentajes de magnesio y fósforo son superiores en la sección con corteza (2 y 4 veces mayor, respectivamente), mientras que el silicio y el potasio son superiores en la sección reticular (1.1 y 1.3 veces, respectivamente); por su parte el carbón, oxígeno y calcio son similares en las dos regiones (ver [Tabla 10](#)).

Los elementos fósforo, magnesio y potasio son comúnmente encontrados en los carbones provenientes de biomásas como el pseudotallo de banano, la presencia de potasio dentro de los retículos hace referencia a los procesos metabólicos de la planta (interacciones sodio-potasio), el silicio, magnesio y fósforo son comunes en el interior de los biocarbones; debido a que pertenecen a la composición de la estructura anatómica del pseudotallo (vainas foliares), de allí que se encuentren en mayor porcentaje en la corteza del pseudotallo (Pereira et al., 2014; Rajput et al., 2024).

Las espumas de CVR sintetizadas con resina de sacarosa a partir de melaza también fueron analizadas en dos regiones ([Figura 44b](#)). Tal como lo reflejan los análisis EDS mostrados en la [Tabla 10](#), el CVR presenta un aumento de carbono en la región reticular (72.7%) respecto al CVR sin resina (69.3%), esto puede deberse a la impregnación de la melaza en la plantilla, que contribuye a un mayor porcentaje de carbono fijo debido a las cadenas C-H propias de la sacarosa, fructuosa y glucosa; sin embargo, en la región con corteza del CVR con resina, el porcentaje de carbono disminuyó (48.5%) respecto al CVR sin resina (68.5%); esto es compensado con un aumento de oxígeno en el CVR con resina (40.5%), mientras que el CVR sin resina presenta un 21.7% de oxígeno ([Tabla 10](#)).

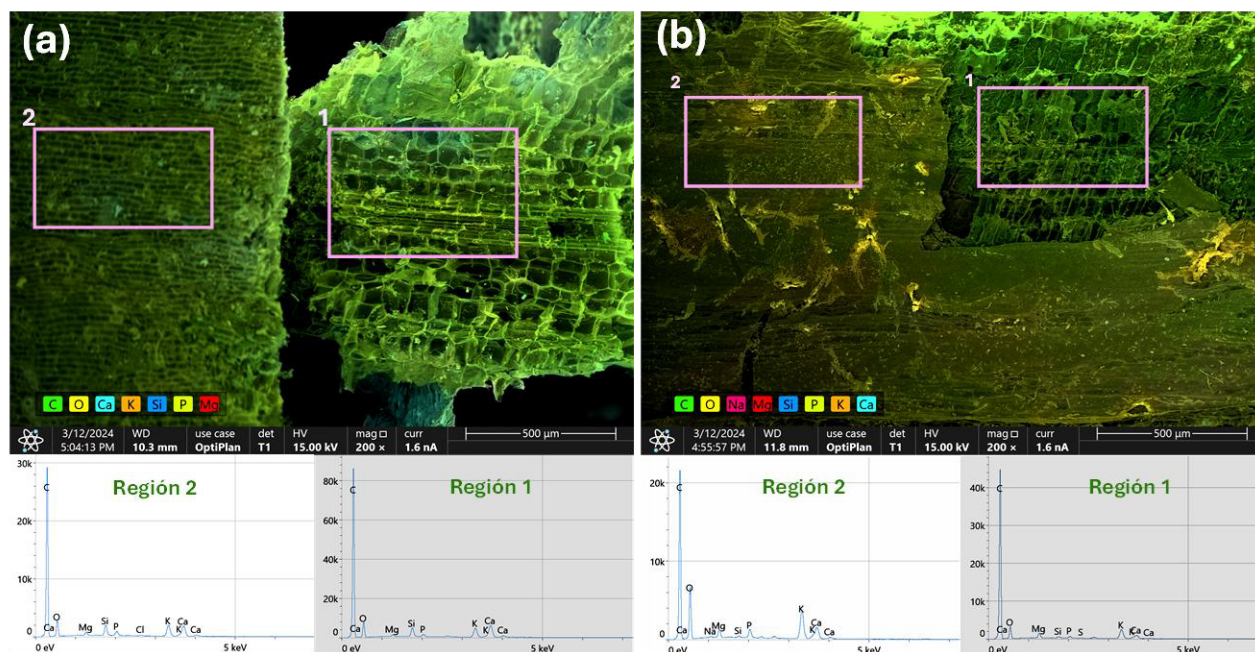
De acuerdo con los resultados presentados en la síntesis de melaza, se observó mediante FTIR que la resina de melaza exhibió grupos funcionales oxigenados (C=O, C-O, OH, COOH, COH y C-O-C), esto explica el aumento de oxígeno en el CVR. Así mismo, se tuvo en cuenta que la resina

ingresa al interior de las plantillas por capilaridad y logra sostenerse entre los retículos de la plantilla (interior de la espuma) (Sango et al., 2018), mientras que en la sección con corteza vegetal la resina sufre manipulación y queda en contacto con la cerámica de soporte al realizarse los tratamientos de curado y pirólisis, lo cual puede generar pérdida de resina en la sección superficial; adicionalmente, la pirolisis se realizó en ambiente de N_2 , donde el arrastre de flujo puede interferir en la recombinación de volátiles, influyendo en un menor porcentaje de carbono fijo, mientras que en el interior de la plantilla la temperatura se sostiene sin interrupciones permitiendo un mayor reordenamiento y recombinación de enlaces de carbono.

Por otra parte, en la corteza vegetal el porcentaje de carbono disminuye un 20%, pero aumenta un 20% de oxígeno (respecto al CVR sin resina), confirmándose la influencia de las especies oxigenadas presentes en la resina de sacarosa en el carbón final. Respecto a los demás elementos, las espumas con resina de melaza presentaron una disminución notable en el porcentaje de Si y Ca en ambas regiones (1 y 2), esto se asocia a la pérdida de volátiles y la recombinación del oxalato de calcio, como se expondrá más adelante.

Figura 44

Mapecto general y resultados EDS realizados a las espumas CVR. (a) sin resina de sacarosa a partir de melaza y (b) con resina de sacarosa a partir de melaza.



Respecto a las espumas CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y resina de melaza (Figura 45 y Tabla 10) se pudo observar que el recubrimiento de la espuma es efectivo, haciéndose notable la presencia de titanio y nitrógeno tanto en la región 1 (Ti = 9.6% y N=1.5%), como en la región 2 (Ti=7.8% y N=0.3%). Lo anterior confirma el ingreso del N-TiO₂ al interior de los CVR.

Figura 45

Mapeo general (parte superior) y espectros EDS (parte inferior) realizados a las espumas CVR/N- TiO_2 .

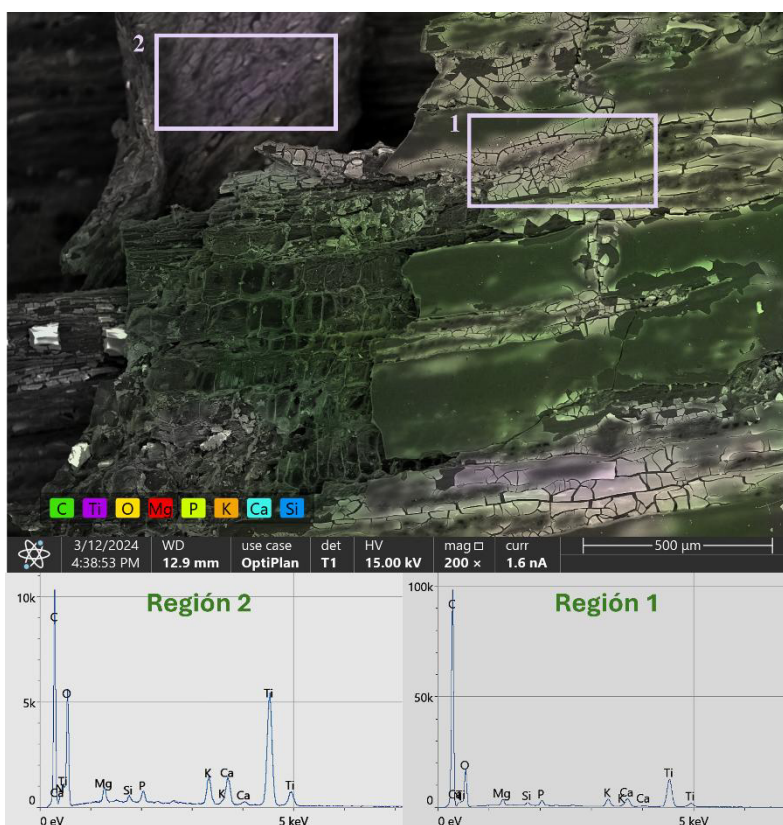


Tabla 10

Resultados de porcentaje atómico obtenidos mediante EDS. Mapeo de dos regiones seleccionadas para los CVR sin resina de sacarosa, CVR a partir de resina de sacarosa y CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano, resina de sacarosa y sol-gel de N-TiO₂.

	% Atómico				% Atómico				% Atómico		
	Elemento	Región 1	Región 2		Elemento	Región 1	Región 2		Elemento	Región 1	Región 2
CVR sin resina ni recubrimiento	C	69.3	68.5	CVR a partir de resina de melaza	C	72.7	48.5	CVR/N-TiO ₂	C	43.8	54.6
	O	22.5	21.7		O	20.6	40.5		O	41.4	32.8
	Mg	0.3	0.6		Mg	1.2	1.2		Mg	0.6	0.8
	Si	2.3	1.9		Si	0.3	0.2		Si	0.3	0.3
	P	0.2	0.9		P	0.4	1.2		P	0.6	0.6
	K	2.3	3.0		K	3.2	5.5		K	1.1	1.2
	Ca	3.0	3.3		Ca	1.4	2.7		Ca	1.2	1.5
	Ti	0	0		Ti	0	0		Ti	9.6	7.8
	N	0	0		N	0	0		N	1.5	0.3

3.4.4.4 Análisis BET

Se realizaron análisis de área superficial específica (SSA) a través del método Brunauer-Emmett-Teller (BET), en espumas de CVR y CVR/N-TiO₂, sintetizados a partir de pseudoalloy de banano y resina de melaza, como se presenta en la [Figura 46](#). Los análisis de adsorción/desorción de N₂ en espumas 3D CVR se presentan en la [Figura 46a](#) y en espumas CVR pulverizadas se presentan en la [Figura 46b](#); también se realizaron ensayos en CVR/N-TiO₂ 3D ([Figura 46c](#)) y CVR/N-TiO₂ pulverizado ([Figura 46d](#)). De acuerdo con los resultados, las espumas de CVR/N-TiO₂ pulverizadas presentan una mayor SSA (71 m²/g) respecto a las espumas de CVR pulverizadas (44 m²/g) ([Tabla 11](#)). Por su parte, las espumas 3D de CVR/N-TiO₂ también registraron una mayor SSA (47 m²/g) respecto a los CVR 3D (39.5 m²/g). Lo anterior coincide con las espumas blanco, en

cuanto al aumento del SSA en las espumas recubiertas con N-TiO₂, lo cual hace referencia al aporte de sitios activos gracias al recubrimiento (Hosseini-Monfared et al., 2021).

Los resultados mostraron isothermas tipo IV que corresponden a materiales con diferentes tamaños de poro de adsorción (Figura 46), la histéresis tipo IV está asociada a materiales mesoporosos en forma reticular, la ausencia de cierre en el bucle se atribuye al hinchamiento de partículas durante la síntesis de materiales con TiO₂ (Bakre et al., 2020; Hosseini-Monfared et al., 2021). Los resultados obtenidos en los análisis BET respecto al SSA, los valores de tamaño y volumen de poro son comparables con revisiones de otros autores relacionadas con biocarbonos con enfoque en el tratamiento de aguas (Misran et al., 2022; Reimer et al., 2020; Yan et al., 2024).

Figura 46

Isotermas obtenidos mediante el modelo BET, realizados en espumas CVR (a y b) y CVR/N-TiO₂ (c y d) sintetizadas a partir de plantillas de pseudotallo de banano y resina de melaza.

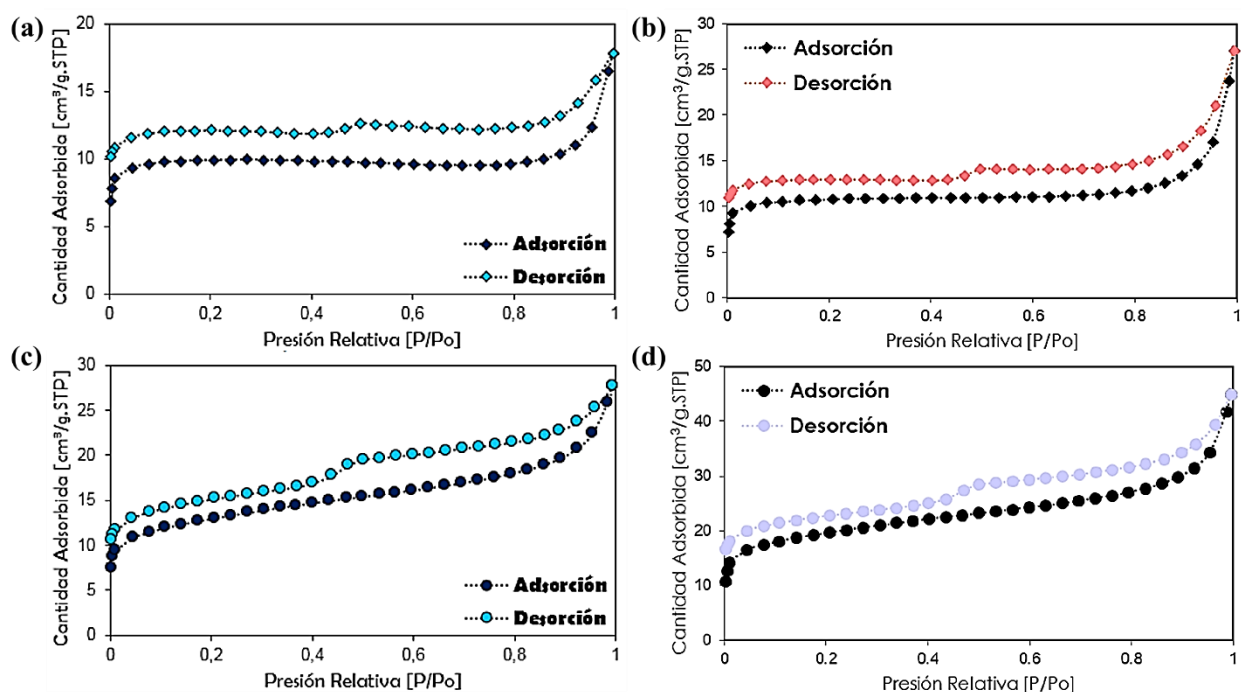


Tabla 11

Resultados BET realizados en espumas CVR y CVR/N-TiO₂ sintetizadas a partir de plantillas de pseudotallo de banano y resina de melaza.

Material	ABET (m ² /g)	Volumen de Poro (cm ³ /g)	Tamaño de poro (nm)
CVR 3D	39.5	0.0065	13.0
CVR en polvo	44.0	0.0239	17.0
CVR/N-TiO ₂ 3D	47.0	0.0235	5.0
CVR/N-TiO ₂ en polvo	71.0	0.0448	7.0

3.4.4.5 Análisis DRX

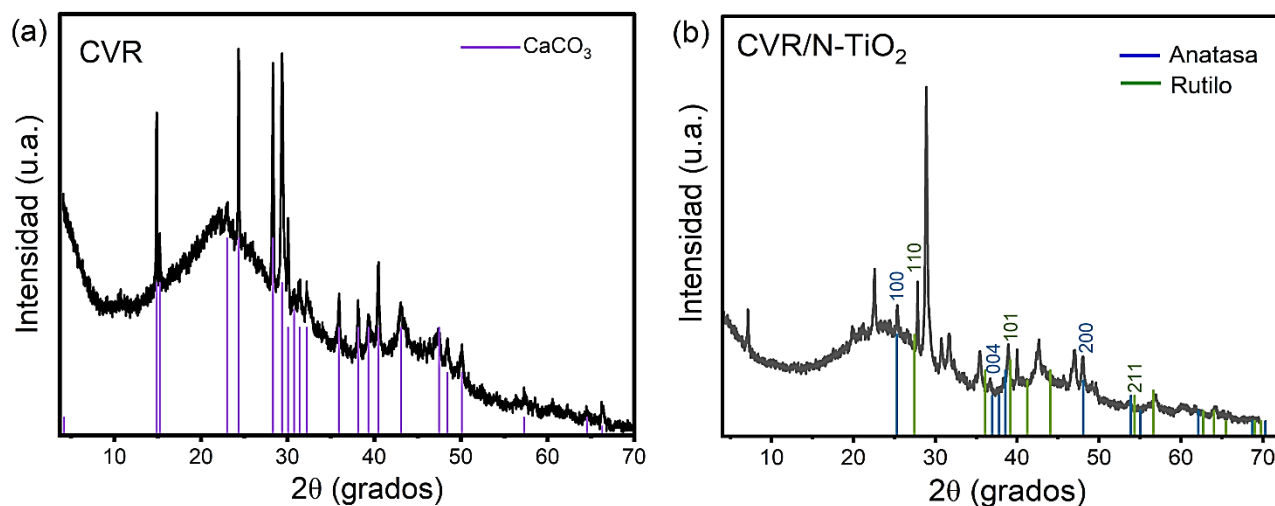
Los resultados DRX de las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ se presentan en la [Figura 47](#). De acuerdo con los resultados, en el difractograma para el CVR ([Figura 47a](#)) se evidencia la estructura de carbono amorfo, caracterizada por el ensanchamiento de los picos en la difracción y la baja intensidad de la mayoría de las señales; también se observó la presencia de dos señales prominentes a 23.15° y 43.05° que representa los planos (002) y (100), respectivamente, correspondiente a la naturaleza turbostrática de los carbones amorfos (Gautam & Das, 2024; Yan et al., 2024). Así mismo, en el difractograma se evidenció la presencia del carbonato de calcio (CaCO₃) (PDF 00-005-0586) con picos en 29.40°, 39.42°, 47.30°, 48.50° (Taer et al., 2023; Zhang et al., 2022).

El difractograma del CVR/N-TiO₂ se presenta en la [Figura 47b](#), los resultados demuestran la presencia del TiO₂ principalmente en la fase anatasa (JCPDS 01-071-1166), aunque también es posible identificar pequeños picos relacionados con la presencia de la fase rutilo (JCPDS 01-076-1938). La fase anatasa se evidencia en las señales 2θ en 25.30°, 37.84°, 47.9° que corresponde a los

planos (100), (004) y (200) respectivamente (Naveenkumar et al., 2024). Mientras que la fase rutilo se evidencia en los picos ubicados a 27.4° , 36.0° y 54.3° , correspondientes a los planos (110), (101) y (211), respectivamente (Boscaro et al., 2019; Yildiz et al., 2020). Respecto al dopaje de N, no se observa ninguna variación predominante en cuanto a la posición de los picos para la fase anatasa y rutilo, por lo tanto, se considera que fue efectiva distribución del N dentro de la red del TiO_2 (Hamed et al., 2023).

Figura 47

Análisis DRX realizados a las espumas de (a) CVR y (b) CVR/N-TiO₂.



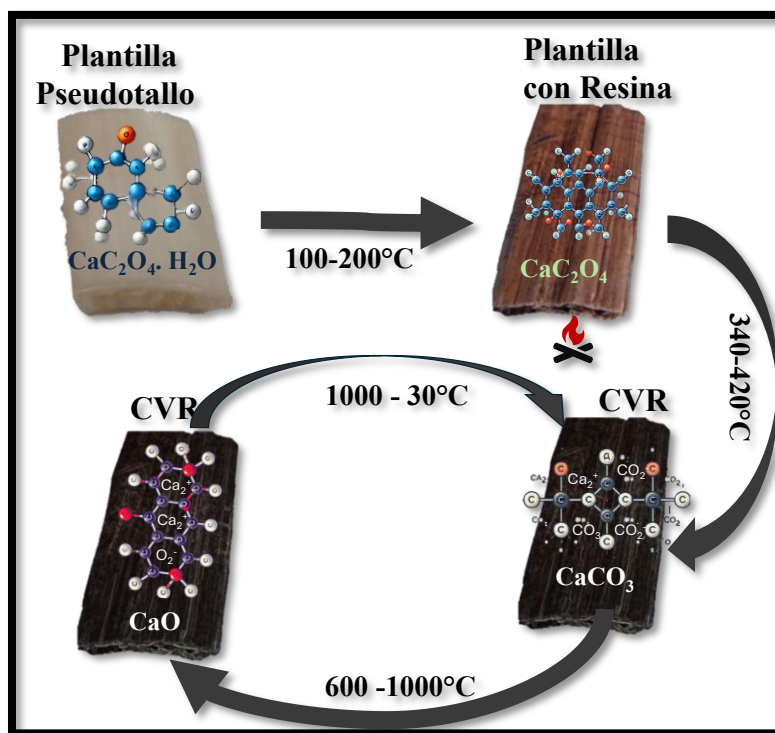
De acuerdo con la investigación sobre obtención de carbón a partir de pseudotallo de banano realizada por Taer et al. (2023), la presencia de dos picos pronunciados entre los 23.06° a 25.0° (plano 002) y 43.63 a 45.07° (plano 100) corresponden a la naturaleza del carbón a base de biomasa, produciéndose una baja cristalinidad y la presencia de un estructura de carbono turbostrática (disposición desordenada entre las capas de carbono grafitico y amorfo, promoviéndose una estructura con desplazamientos y curvaturas en las capas del carbón). Por su parte, el CaCO_3 corresponde a compuestos no carbonizados presentes en la biomasa.

Diferentes autores han relacionado la formación de CaCO_3 con la presencia de los oxalatos en el proceso de carbonización de biomásas. El oxalato y oxalato de calcio (CaC_2O_4) están presentes en biomásas como el pseudotallo de banano, el oxalato es el resultado de una deprotonación del ácido oxálico (implicado en procesos como la regulación de pH intracelular, la desintoxicación de metales y el estado redox de las plantas). Hay dos tipos de oxalatos en las plantas, el primero es soluble y presenta uniones a iones de sodio (Na^+), potasio (K^+) y amonio (NH_4^+); el segundo, es el oxalato insoluble y presenta uniones con calcio (Ca^{2+}), hierro (Fe^{2+}) y magnesio (Mg^{2+}). El oxalato de calcio al ser insoluble se almacena en forma de cristales dentro de las vacuolas o paredes de las plantas (Karabourniotis et al., 2020; Li et al., 2022).

La ruta de formación del CaCO_3 a partir de la pirolisis del oxalato de calcio se describe en las [Figura 48](#). Varios autores coinciden en que el hidrato del oxalato de calcio ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) se deshidrata para dar paso al oxalato de calcio entre los 100 y 220°C; posteriormente, el CaC_2O_4 se descompone a CaCO_3 entre los 340 y 420°C, finalmente, este se descompone a CaO y CO_2 a temperaturas superiores a los 600°C. Sin embargo, terminada la pirolisis e iniciado el proceso de enfriamiento, puede ocurrir un fenómeno cíclico, en el que el CO_2 residual, vuelve a reaccionar con el CaO dando paso a la formación del CaCO_3 en la estructura final del biocarbón. Lo anterior explica la presencia del CaCO_3 en los análisis DRX de los carbones obtenidos a partir de pseudotallo de banano y resina de melaza (Ding et al., 2022; Fan et al., 2025 ;Yang et al., 2024).

Figura 48

Representación gráfica de la reacción de oxalato de Calcio a CaCO_3 en el proceso de pirolisis de las espumas de CVR.



Nota: El diagrama fue realizado con base a las investigaciones realizadas por (Ding et al., 2022; Fan et al., 2025 ;Yang et al., 2024).

3.4.4.6 Análisis Raman

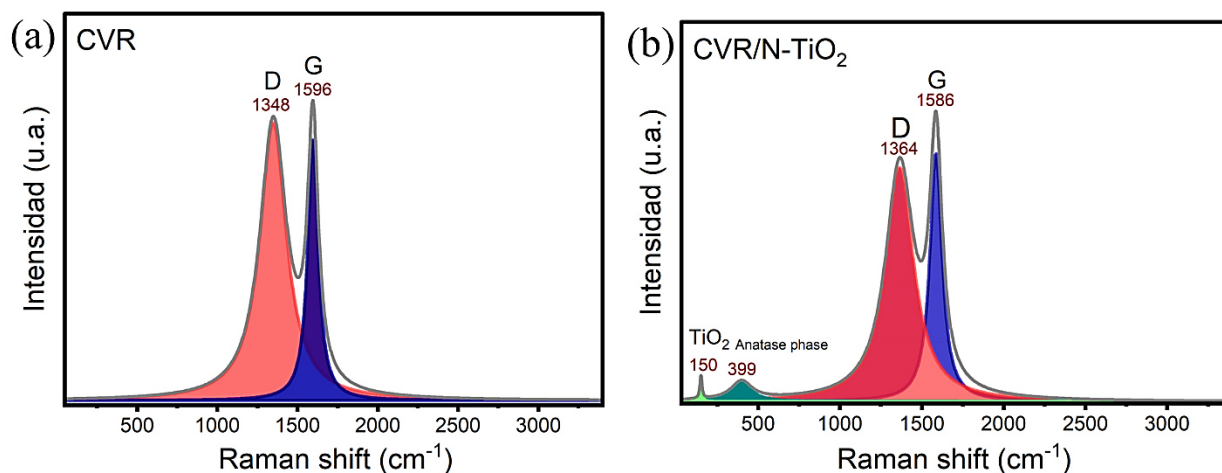
Se realizaron análisis Raman con el fin de determinar el grado de amorficidad o de grafitización de los CVR antes y después de ser modificadas con N-TiO_2 (Figura 49). La deconvolución de los espectros muestra que para el CVR (Figura 49a) hay dos intensidades principales: a los 1348.40 ± 0.65 y $1596.08 \pm 0.41 \text{ cm}^{-1}$ que corresponden a las bandas D (carbono amorfo) y G (carbono grafitico) respectivamente (Shu & Liu, 2024), confirmándose la composición carbonosa del material, estos resultados coinciden con los análisis termogravimétricos, en donde se

pudo constatar que a los 1000°C el CVR no logra estabilizar la pendiente de carbonización, por lo tanto no hay una grafitización completa, dicho esto, es razonable encontrar una intensidad alta para la contribución amorfa. La contribución gráfica se logra porque el ordenamiento de las cadenas de carbono gráfico suele comenzar a partir de los ~800°C (Hunter et al., 2022).

Para el CVR/N-TiO₂ (Figura 49b) se observaron bandas en 149.89 ± 1.72 y 398.66 ± 6.86 cm⁻¹ que se relacionan con la fase anatasa del TiO₂, las bandas 1364.49 ± 0.72 y 1586.68 ± 0.41 cm⁻¹ corresponden al ordenamiento amorfo y cristalino del carbono (Shu & Liu, 2024).

Figura 49

Análisis Raman realizado a los (a) CVR y (b) CVR/N-TiO₂.



Para determinar la relación entre las intensidades de las señales de estructura gráfica y amorfa se calculó la relación I_D/I_G , utilizando el modelo de Lorenz (de manera idéntica que en las espumas blanco) el valor I_D/I_G calculado para el CVR fue de 1.06, mientras que para el CVR/N-TiO₂ fue de 0.94, evidenciándose que las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ de pseudotallo de banano y melaza logran asemejarse en cuanto a estructura amorfa y gráfica a las espumas obtenidas con poliuretano y azúcar, esto se debe a que el método de síntesis es el mismo (independientemente de

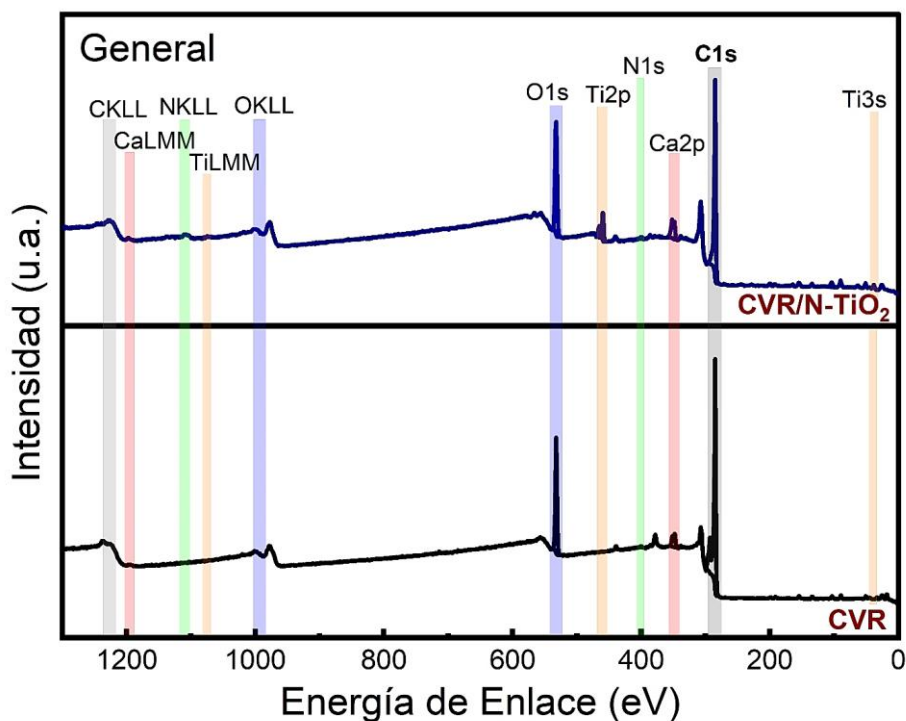
la plantilla de sacrificio y el precursor de la resina de sacarosa), obteniéndose un mejor ordenamiento de la red cristalina en la estructura de carbón después de realizado el recubrimiento de N-TiO₂ seguido de un proceso hidrotermal y su sinterización a 400°C (Hanaor & Sorrell, 2011). Autores como Liu et al. (2024), señalan que la síntesis de carbones por procesos hidrotermales favorecen el ordenamiento de la red cristalina, debido a que la presión a la que es sometido el precursor del carbón es mayor que la presión utilizada en una carbonización en horno, la alta presión y baja temperatura (menor a 300°C) contribuye a una mejor reorganización de los átomos de carbono; por su parte otros autores relacionan la sinterización de 400°C a un mejor ordenamiento de las fases del TiO₂ (Hunter et al., 2022; Lei et al., 2016).

3.4.4.7 *Análisis XPS*

Con el fin de verificar la presencia de N-TiO₂ en los CVR modificados, se realizaron análisis XPS de espectros general y de alta resolución para el C1s, Ti2p, O1s y N1s. Los resultados fueron contrastados con los de las espumas CVR sin modificar, como se ilustra en los espectros generales de la [Figura 50](#). En el espectro general de las espumas modificadas se evidencia la presencia del Ti2p lo cual es atribuido al recubrimiento de TiO₂ (Nie et al., 2014; Shu & Liu, 2024) y también se observa la presencia del N1s y su satélite NKLL que corresponde y confirma el dopaje del N-TiO₂ (Xiong et al., 2023), lo anterior se respalda con la ausencia del Ti2p y del N1s en el espectro general del CVR sin modificar. Adicionalmente, se destaca la presencia de Ca en ambos espectros, lo cual coincide con los resultados obtenidos por DRX, y EDS. Por su parte C1s y O1s, están presentes en el CVR y el CVR/N-TiO₂, como es de esperarse.

Figura 50

Espectros XPS generales de las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ obtenidas a partir de pseudotallo y melaza.



Los espectros de alta resolución del C1s se presentan en la [Figura 51a](#). Para el CVR/N-TiO₂, la deconvolución del espectro de alta resolución del C1s muestra contribuciones en 284.6 eV que corresponden a enlaces de carbono C-C, relacionados con el Csp², el pico a 285.31 se asocia con el Csp³ y el pico en 287.04 eV representa carbonos con enlaces de oxígeno como C=O/C-O/ C-OOR(H)/C-OR(H) vinculados a la presencia de agua o alcoholes precursores (Jia et al., 2018; Shu & Liu, 2024).

Por último, se observa el pico a 289.90 eV, autores como Bafaqeer et al. (2024), atribuyen el pico cerca de 289.8 eV al grupo C-OH. Sin embargo, otros autores en investigaciones realizadas a biocarbones provenientes de fuentes vegetales, asocian esta señal al grupo -COOH (Chen et al.,

2024). La presencia del grupo -COOH está en concordancia con los resultados FTIR obtenidos después de la carbonización de la biomasa utilizada (pseudotallo de banano impregnado con melaza).

Es importante notar la ausencia de picos con enlaces de energía tipo Ti-C ($\sim 281,6$ eV), en los espectros de alta resolución del C1s , lo cual es un indicativo de que el TiO_2 no tiene dopajes de carbono (Mo'men et al., 2024; Wu et al., 2025).

Por su parte, para el CVR (Figura 51a, parte inferior) la deconvolución del espectro de alta resolución del C1s muestra señales en 284.77 y 285.28 eV que corresponden a los grupos C-C relacionados con Csp^2 y Csp^3 , la señal en 285.89 eV (C-O), 288.22 eV (C=C) (Mo'men et al., 2024; Zhang et al., 2020), así mismo, las señales en 293.39 y 296.12 eV, son hombros que se atribuyen a interacciones $\pi\text{-}\pi^*$ promovidas por anillos aromáticos presentes en carbones, que logran una excitación electrónica adicional generando picos en altas energías del espectro, este fenómeno es mejor conocido como “ $\pi\text{-}\pi^*$ shake-up” (Kovač et al., 2015).

Los espectros de O1s fueron deconvolucionados dando como resultado dos contribuciones principales para el CVR/N- TiO_2 , en 531.04 ± 0.18 y 532.52 ± 0.19 eV (Figura 51b), que corresponden al Ti-O y C=O respectivamente, estos grupos representan la presencia del oxígeno (O^{2-}) en la red cristalina del TiO_2 y grupos CO en la composición del CVR (en concordancia con los resultados DRX y FTIR). Lo anterior confirma la interacción entre el CVR y el recubrimiento del N- TiO_2 atribuida principalmente a los procesos de hidrotermal y posterior sinterización del material compuesto, como es descrito por algunos autores (Bafaqeer et al., 2024; Shu & Liu, 2024).

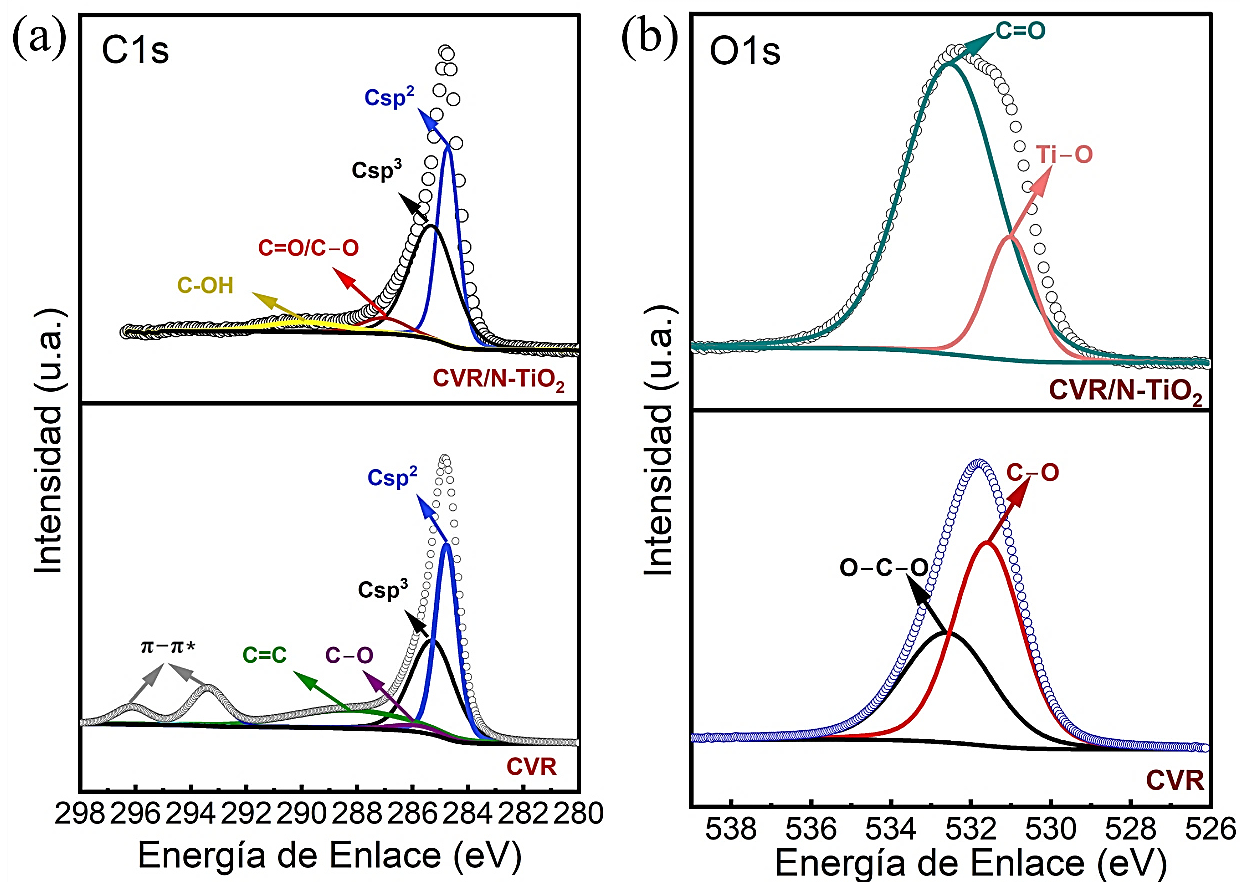
Sin embargo, en otras investigaciones se atribuye la señal de $\sim 532.5 - 532.7$ eV a grupos O-H , derivados de los precursores en la síntesis del N- TiO_2 por sol-gel, es de esperarse la presencia de grupos hidroxilo en los análisis químicos de superficies con TiO_2 debido a su importancia para las

reacciones fotocatalíticas de oxido-reducción (Bakre et al., 2020). Para el caso del CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza se tuvo en cuenta los resultados obtenidos en los análisis EDS y DRX, en los cuales se evidenció la presencia de grupos CaCO₃, tanto en el CVR si recubrir como en el CVR modificado, por lo cual es menester atribuir la presencia de los grupos CO en el espectro del O1s.

El espectro de alta resolución de O1s del CVR muestra dos señales en 531.59 y 532.60 eV (Figura 51b), que corresponden a los grupos C-O y O-C-O/COOH respectivamente (Chen et al., 2024; Zhang et al., 2020). En este espectro se destaca el hecho de que la señal en 531.59 eV, tiene mayor intensidad que la señal en 532.60 eV; evidenciándose una mayor interacción entre el carbono y el oxígeno, mientras que en el CVR/N-TiO₂ la señal cercana a los 532.5 eV tiene la mayor intensidad, debido a la interacción del O con el Ti, que logra desplazar la intensidad de la señal hacia una mayor energía.

Figura 51

Espectros XPS de alta resolución de (a) C1s y (b) O1s, obtenidos para el CVR y CVR/N-TiO₂.



Los espectros de alta resolución del Ti2p para el CVR/N-TiO₂ se presentan en la [Figura 52a](#); tras la deconvolución se identificaron dos picos principales en 459.59 ± 0.012 y 465.30 ± 0.054 eV, las investigaciones sugieren que estas señales se asocian a las órbitas Ti2p_{3/2} y Ti2p_{1/2} de Ti⁴⁺ del TiO₂, también se destaca que al igual que en el C1s no se presentaron señales de Ti-C (~ 461.6 y ~ 455.2 eV) lo que descarta por completo un dopaje del carbono en el TiO₂ (Dahiya et al., 2024; Wu et al., 2025). Las señales del Ti2p del CVR/N-TiO₂ presentados en este capítulo (carbones obtenidos a partir de pseudotallo de banano y melaza) son coincidentes con las del blanco (carbones obtenidos a partir de espumas de poliuretano y azúcar de mesa), evidenciándose que los residuos

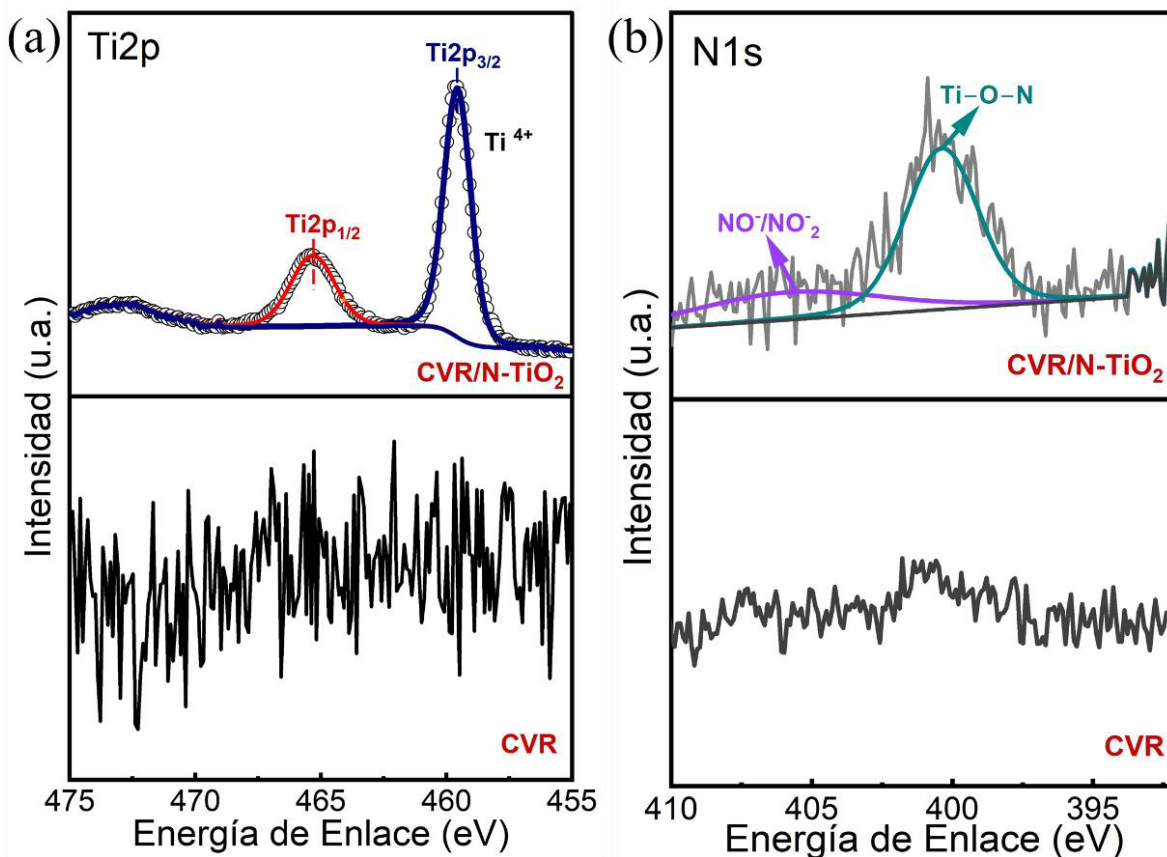
agroindustriales son aptos para obtener carbones que soporten N-TiO₂, manteniendo la composición química y los estados energéticos del recubrimiento.

Tras la deconvolución del espectro de alta resolución del N1s ([Figura 52b](#)), se evidenciaron señales en 400.37 ± 0.09 y 405.84 ± 1.20 eV, atribuidos a grupos Ti-O-N y NO⁻/NO⁻² respectivamente (Sanchez-Martinez et al., 2018; Zhang et al., 2020). Además, Sanchez-Martinez et al. (2018), informan en su investigación que los grupos ubicados en energías de enlace entre ~400.02 y 407.38 eV se relacionan con el nitrógeno intersticial. Algunos autores sostienen que la inclusión intersticial del N disminuye la energía de banda prohibida por estar por encima de la banda de valencia, y que los compuestos químicos alrededor de 401 eV pueden actuar como soporte para los electrones excitados entre las bandas de valencia y de conducción permitiendo la absorción de luz visible (Gomes et al., 2019; Hamed et al., 2023). Con lo anterior se evidencia la presencia del N en el recubrimiento N-TiO₂.

Respecto a los espectros de alta resolución del CVR para Ti2p y N1s no se detectó ninguna señal relacionada con el titanio o el nitrógeno, confirmándose que estos corresponden únicamente al recubrimiento de N-TiO₂.

Figura 52

Espectros XPS de alta resolución de (a) Ti2p y (b) N1s, obtenidos para el CVR y CVR/N-TiO₂.



Respecto a la composición química del CVR/N-TiO₂, se pudo observar el efecto del recubrimiento de N-TiO₂ en el CVR, lo anterior se confirma con las diferencias en el porcentaje de oxígeno presente en las espumas recubiertas, el cambio en la cantidad de carbono ante la presencia de TiO₂ (que se expresa en la ausencia de los hombros a los 293.39 y 296.12 eV del espectro C1s) y la presencia del N que fue determinante para evaluar el dopaje de N-TiO₂ sin co-dopajes tipo CN o CTi, lo cual ratifica que el N-TiO₂ actúa sólo como recubrimiento en el CVR. En la [Tabla 12](#) se presentan las diferencias en la composición química del CVR y CVR/N-TiO₂.

Tabla 12

Composición química de las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂, obtenidas a partir de espectros de alta resolución XPS.

Espectro	Componentes	Porcentaje Relativo (%)		Energía de Enlace (eV)	
		CVR	CVR/N-TiO ₂	CVR	CVR/N-TiO ₂
C1s	C-C (Csp ²)	34.57	38.71	284.77	284.73
	C-C (Csp ³)	32.12	47.61	285.28	285.31
	C=O/C-O	2.49	6.52	285.89	287.04
	C-OH/CaCO ₃	—	7.15	—	289.9
	C=C	16.69	—	288.22	—
	π - π^*	9.72	—	293.39	—
	π - π^*	4.41	—	296.12	—
O1s	Ti-O	—	17.69	—	531.02
	C=O	—	82.31	—	532.52
	C-O	58.67	—	531.59	—
	O-C-O	41.33	—	532.6	—
Ti2p	Ti2p _{3/2}	—	67.87	—	459.56
	Ti2p _{1/2}	—	32.13	—	465.32
N1s	Ti-O-N	—	68.85	—	400.37
	NO ⁻ /NO ⁻²	—	31.15	—	405.84

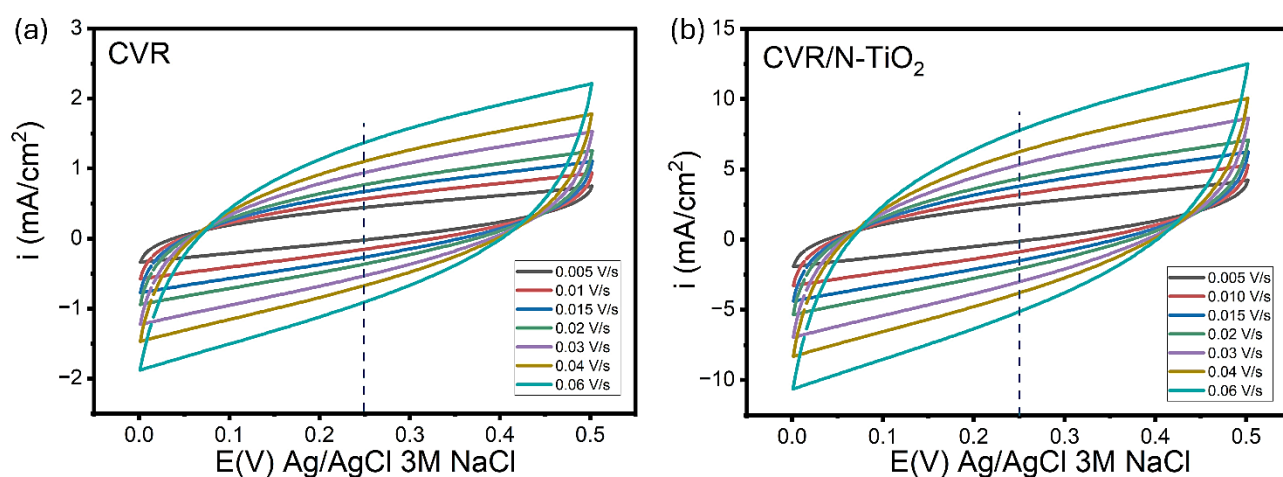
3.5 Análisis Electroquímicos

3.5.1 Análisis ECSA Mediante Voltamperometría Cíclica

Las condiciones de medición para los análisis electroquímicos en los CVR y CVR/N-TiO₂ obtenidos a partir de pseudotallo y melaza, fueron las mismas que se describieron en el Capítulo 2. Los resultados de voltamperometría cíclica normalizada (en cm²) para la obtención del ECSA, se presentan en la Figura 53. Las espumas de CVR (Figura 53a) y CVR/N-TiO₂ (Figura 53b) exponen voltamperogramas que exhiben una respuesta de cuasi-rectángulo, que es característica de procesos capacitivos. Para este caso particular, se debe al cargado y descargado de la doble capa eléctrica que se forma en la interfaz electrodo/electrolito. La corriente registrada aumenta linealmente en la medida que se incrementa la velocidad de barrido, comprobando el origen de las corrientes registradas; lo cual ocurre en mayor magnitud para los CVR/N-TiO₂ (Reimer et al., 2020; Yamada et al., 2022).

Figura 53

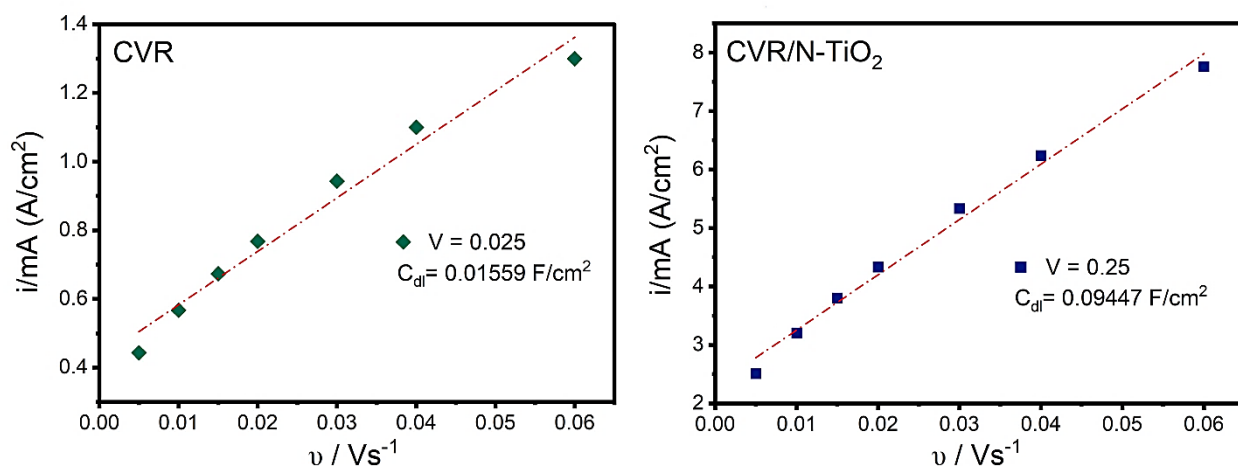
Mediciones de VC para la obtención del ECSA en las espumas de (a) CVR y (b) CVR/N-TiO₂.



Mediante la relación lineal entre corriente capacitiva y velocidad de barrido ([Ecuación 8](#)) se calculó la C_{dl} para las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ obteniéndose 15.59 mF/cm² y 94.47 mF/cm², respectivamente. Los resultados de la regresión lineal se presentan en la [Figura 54](#). El cálculo del ECSA se obtuvo mediante la [Ecuación 7](#), presentada en el Capítulo 2, obteniéndose 17.5 cm² para el CVR y 47.8 cm² para el CVR/N-TiO₂. Esto indica que las espumas sintetizadas a partir de pseudotallo de banano y melaza contribuyen a una mejor distribución de carga y difusión de portadores expresada en una mayor ECSA, comparado con las espumas blanco que registraron valores de ECSA de 3.83 cm² y 27.96 cm² para el CVR y CVR/N-TiO₂, respectivamente.

Figura 54

Obtención gráfica de C_{dl} en los CVR (izquierda) y CVR/N-TiO₂ (derecha).



Respecto a otros trabajos realizados con biocarbones se encontró autores como Reimer et al. (2020), que atribuyen el aumento de la C_{dl} a la presencia de N dentro de la estructura del carbón, este argumento también fue sostenido en la investigación realizada por Vazquez-Samperio et al. (2021) a CVRs sintetizados a partir de sacarosa; sin embargo, para los CVR presentados en esta investigación, no se encontró evidencia de incorporación del N en el carbón, por el contrario los análisis XPS y FTIR indican que el N se encuentra en el recubrimiento del N-TiO₂, por lo tanto se

atribuye el aumento del ECSA en las espumas CVR/N-TiO₂ (respecto a las espumas CVR) a la mayor mojabilidad que promueve el N-TiO₂ y sus grupos hidroxilados en la superficie, lo cual se comprobará más adelante con los resultados de ángulo de contacto.

Por su parte el aumento del ECSA en las espumas CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo y melaza respecto a las espumas blanco de control, puede atribuirse a un mayor número de poros en diferentes tamaños obtenidos de la plantilla de pseudotallo de banano.

3.5.2 *Análisis Fotoelectroquímico*

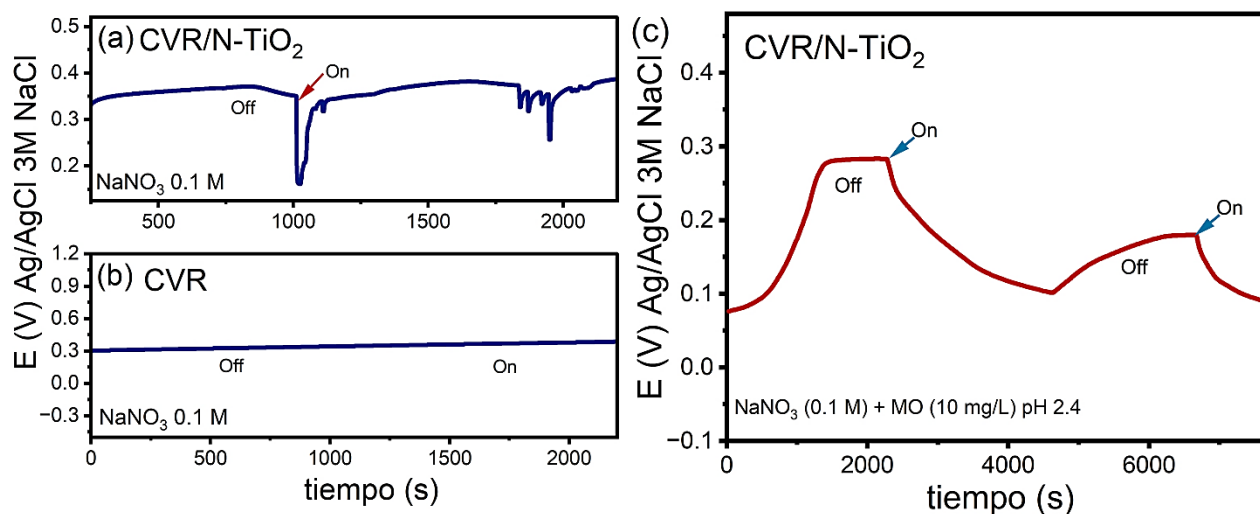
Los análisis de OCP ([Figura 55](#)) se realizaron con el fin de medir la estabilidad fotoelectroquímica de las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ en presencia del NM. Para realizar estos ensayos se mantuvieron las condiciones empleadas para la caracterización de las espumas blanco de comparación (Capítulo 2), es decir electrolitos de NaNO₃ (0.1M) sin naranja de metilo (NM) y NaNO₃ (0.1M) + NM (10 mg/L) a pH 2.4. También se realizaron las intermitencias de oscuridad e irradiación de luz visible.

Los resultados OCP para las espumas de CVR se presentan en la [Figura 55b](#) en donde se observa una tendencia lineal sin cambios relevantes en el potencial, iniciando en 0.30 V y manteniéndose constante después de alcanzar el equilibrio a los 0.40 V, no se observaron perturbaciones ante la irradiación con luz visible, confirmándose que no hay ningún efecto de la luz sobre el material sin recubrir. Por su parte, las espumas de CVR/N-TiO₂ sí presentaron cambios en el potencial al ser irradiados con la luz visible. El CVR/N-TiO₂ que fue sumergido en NaNO₃ (0.1M) presenta una rápida disminución del potencial al ser irradiado con luz visible, recuperando el potencial inicial en aproximadamente 10s ([Figura 55a](#)); sin embargo, para el CVR/N-TiO₂ sumergido en NaNO₃ (0.1M) + NM (10 mg/L) a pH 2.4 ([Figura 55c](#)), se observaron tres etapas: en

la primera etapa sin irradiación de luz se alcanzó un potencial de 0.28 ± 0.006 V y se mantuvo en equilibrio, en la segunda con la irradiación de luz el potencial disminuyó hasta los 0.1 V, en la tercera etapa sin luz el potencial se recupera alcanzando los 0.2 V hasta cuando se irradia nuevamente con luz.

Figura 55

Análisis OCP con intermitencia de oscuridad e irradiación de luz de (a) CVR/N-TiO₂ en presencia de NaNO₃, (b) CVR en presencia de NaNO₃ y (c) CVR/N-TiO₂ en presencia de NaNO₃ (0.1M) + NM (10 mg/L) a pH 2.4.



Lo anteriormente expuesto sugiere un comportamiento similar a las espumas blanco, en donde los resultados se dividen en tres etapas principales: el equilibrio en oscuridad, la caída de potencial al irradiar con luz visible y el aumento de potencial al apagar la luz. Adicionalmente este análisis permitió evidenciar que el comportamiento ante la irradiación de luz visible y ausencia de luz se repitió en cada etapa confirmando la estabilidad fotoelectroquímica de las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂, a través de la recombinación del par electrón-hueco promovida por la irradiación de luz visible (Li et al., 2015).

Es importante mencionar que las espumas de CVR/N-TiO₂ sintetizadas con pseudotallo de banano y melaza, sumergidas en NaNO₃ (0.1M) + NM (10 mg/L) tardaron 20 min más que las espumas blanco en alcanzar el equilibrio en oscuridad; además, en los intervalos de irradiación de luz, el comportamiento fue en curva descendente hasta ser irradiados nuevamente con luz visible, dando como resultado una forma de “aleta”, autores como (Henrique et al., 2022), informan que el tamaño de poro influye en la difusión de portadores de carga, pues en electrodos como el carbón activado el almacenamiento de carga se logra a través de la adsorción física de iones disociados sobre la superficie porosa del material, por lo tanto en poros más pequeños el electrolito requiere de mayor tiempo para interactuar con la interfaz de la superficie.

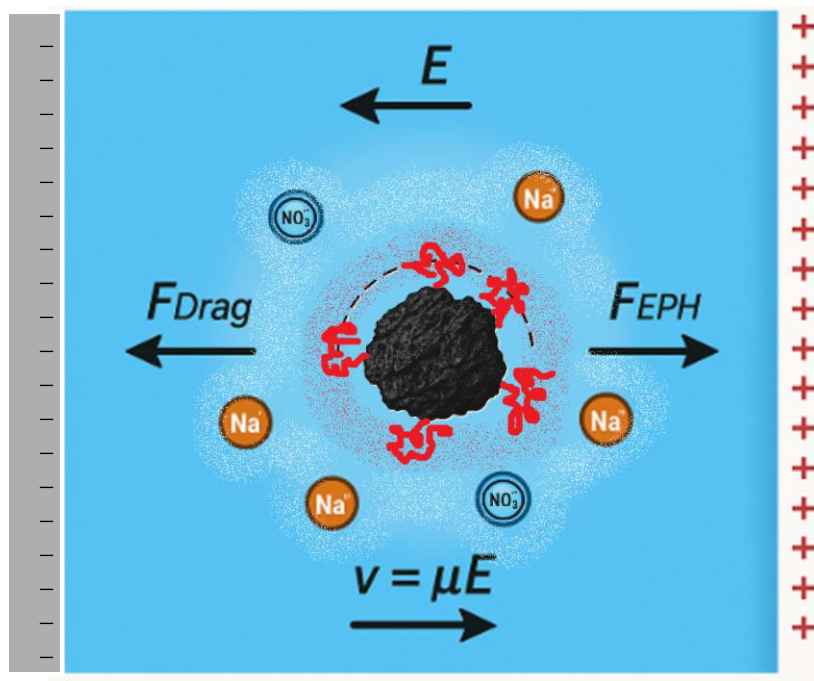
Las espumas de CVR/N-TiO₂ sintetizadas con pseudotallo de banano y melaza exhibieron mediante los análisis BET, poros con tamaño de 5 nm, mientras que las CVR/N-TiO₂ sintetizadas con poliuretano y azúcar exhibieron tamaño de poro de 23 nm, lo anterior explica el tiempo adicional que tardan las espumas de pseudotallo de banano y melaza en alcanzar el equilibrio.

3.5.3 Potencial Zeta

El potencial electrostático superficial, denominado potencial zeta (ζ) es una medida relacionada con la doble capa eléctrica y el movimiento de partículas sólidas y líquidas, por lo tanto, es proporcional a la carga efectiva superficial de una suspensión coloidal de un material determinado y se basa en la movilidad electroforética (Figura 56), por ende, la medición de ζ es útil en los análisis de estabilidad en medios acuosos y adsorción de superficies (Doane et al., 2012; Lunkad et al., 2022).

Figura 56

Ilustración de movilidad electroforética en la medición del ζ .



Nota. Partícula con carga neutra que migra a velocidad v al ser sometida a un campo eléctrico compuesto de un ánodo (derecha) y un cátodo (izquierda), el F_{EPH} representa la fuerza electroforética, el F_{Drag} representa la fuerza de arrastre del disolvente. Las partículas migran a velocidad constante mientras experimentan una fuerza neta de cero. Adaptado de (Doane et al., 2012).

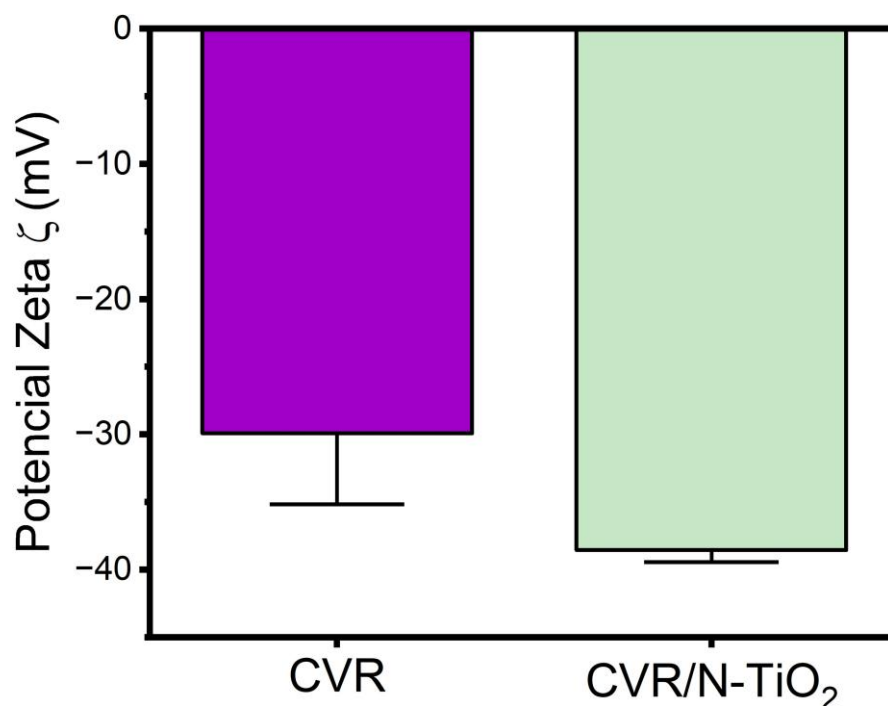
El ζ medido en los CVR y CVR/N-TiO₂ se presenta en la [Figura 57](#), los resultados para el CVR fueron un ζ de -29.93 ± 4.5 y para el CVR/N-TiO₂ un ζ de -38.55 ± 0.7 . Los materiales con ζ entre -20 y -45 mV son comunes en condiciones de pH neutro (como en este caso: NaNO₃ 0.1 M) donde grupos superficiales -COOH⁻ (en el CVR) y Ti-O⁻ (en el CVR/N-TiO₂) aportan cargas negativas que equilibran las fuerzas de atracción (como la de van de Waals) y la repulsión electrostática (Israelachvili, 2011).

Dentro de los materiales con ζ electronegativo se encuentran comúnmente los biocarbones (Bui et al., 2024; Lee et al., 2024; Nowicki et al., 2022), de acuerdo con los autores la electronegatividad se debe a los grupos -COOH y -OH presentes en la superficie de los biocarbones que han sido sometidos a pirólisis superiores a los 600°C (Batista et al., 2018; Tian et al., 2025), estos grupos funcionales son cruciales para la adherencia de recubrimientos como el TiO₂ y para la agregación en la descontaminación de colorantes (Špadina et al., 2018). Lo anteriormente expuesto, concuerda con los análisis FTIR, DRX y XPS realizados a las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ en donde se pudo evidenciar la presencia de los grupos -COOH y -OH, por su parte en los análisis SEM y Raman se observó la afinidad de CVR hacia el recubrimiento de N-TiO₂ (estructuras estables sin desprendimientos del recubrimiento, incluso después de ser cortados en secciones transversales). Otra característica en concordancia con los resultados de ζ son los ensayos de VC y OCP, en donde se pudo determinar la capacitancia de doble capa de los CVR y CVR/N-TiO₂ y su afinidad por las interacciones iónicas en soluciones acuosas de NaNO₃.

El ζ de CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza, difiere del ζ medido en el CVR/N-TiO₂ blanco, en cuanto a magnitud (-4.53 ± 0.93 mV), pero concuerdan en el signo de la carga, este factor es crucial para las comparaciones de interacción electrostática en la remediación de aguas contaminadas con colorantes, debido a que la mayoría de los colorantes son iónicos. Los valores de ζ en los CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza se aproximan al ζ reportado en biocarbones, aspecto que es de esperarse, teniendo en cuenta que la naturaleza de los precursores es de residuos agroindustriales, por lo anterior se entiende que la diferencia del ζ con el blanco de comparación se debe principalmente a los grupos funcionales adicionales que proporciona la biomasa, sin embargo, esto no tuvo repercusión en la tendencia electronegativa.

Figura 57

Resultados de medición de Potencial zeta en espumas de CVR y CVR/N-TiO₂.



3.5.4 Análisis de pH por Titulación Potenciostática

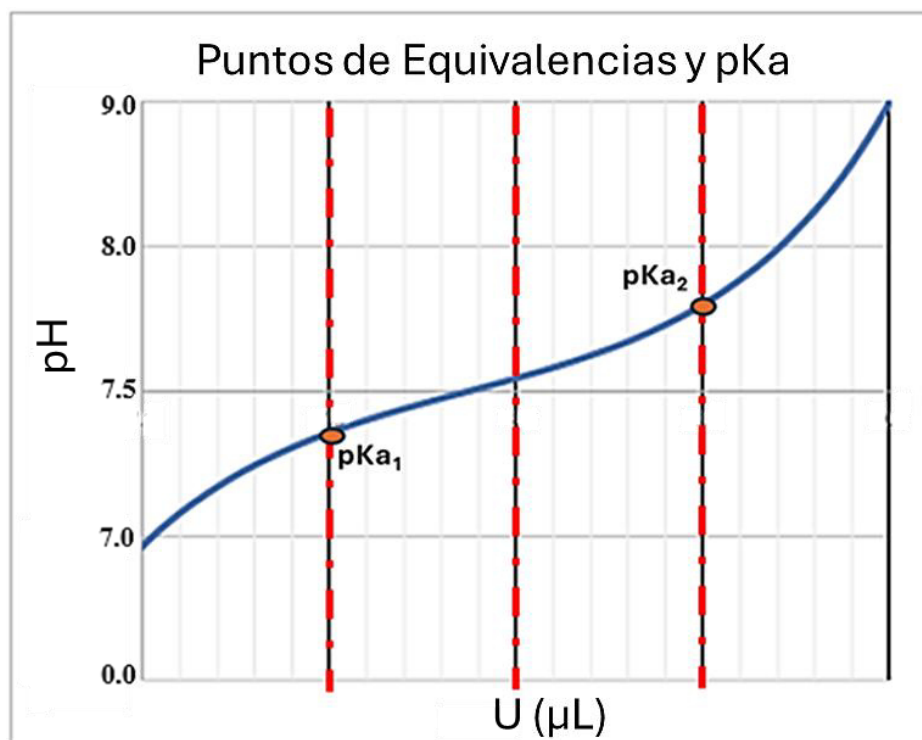
Se realizaron análisis de titulación potenciostática automática (método electroquímico), con el fin de determinar la influencia del pH en la carga total o carga acumulada (superficie + volumen) de los CVR y CVR/N-TiO₂, teniendo en cuenta que el ζ es una medida indirecta de la carga específica superficial (asumiéndose como lisa), pero no de la carga total, porque se basa en la movilidad electroforética y no en los grupos ionizables (Lunkad et al., 2022). Los análisis de titulación son clave para comprender la solubilidad de un material, la adherencia de recubrimientos y su interacción con otros compuestos en soluciones acuosas (Leffler et al., 2024), debido a que el pH de una solución afecta directamente las propiedades de carga total de un material adsorbente, promoviendo cambios en la disociación de los grupos funcionales presentes en los sitios activos y

esto a su vez puede modificar el grado de ionización, llegando a comprometer la capacidad de adsorción de un material (Tian et al., 2025).

Las titulaciones por dosificación permiten identificar los puntos de equivalencia, representados como inflexiones sobresalientes que corresponden a la ionización de un grupo funcional, como se muestra en la [Figura 58](#) (Lim et al., 2022), con estos puntos se determina los pKa que por lo general son dos, el pKa₁ se suele relacionar con el carboxilo -COOH y el pKa₂ se relaciona con la ionización del grupo amina NH₃⁺ y/o fenol -OH, en los puntos de equivalencia ocurre la neutralización completa de los grupos ionizables, es decir que el -COOH y NH₃⁺/-OH se desprotonan completamente (DeCorte et al., 2024), mientras que en los puntos medios de equivalencia se encuentra la concentración equimolar del ácido y su base conjugada, en estos puntos pKa = pH. En el caso de los tituladores potencioestáticos los pKa son calculados automáticamente por el criterio de reconocimiento de punto de equivalencia (E_x), utilizando el teorema de primera derivada de la curva de titulación (Harris, 2010; Lunkad et al., 2022).

Figura 58

Representación gráfica de puntos de equivalencia y pKa. Puntos de equivalencia (líneas rojas punteadas); pKa (puntos naranjas con borde azul).



Nota. Imagen adaptada de (Lim et al., 2022).

De acuerdo con la teoría de Henderson–Hasselbalch, es posible calcular el grado de ionización a través de los pKa (logaritmo negativo de la constante de disociación ácida) y su relación con el pH, el promedio de los pKa equivale a aquel pH en el que la carga neta es igual a cero (Lunkad et al., 2022), también llamado punto isoeléctrico (pI), de acuerdo con esta teoría, el pI puede ser calculado a través de la [Ecuación 10](#) (Harris, 2010, pág. 193; Munyensanga et al., 2025).

$$pI = \frac{pKa_1 + pKa_2}{2} \quad (10)$$

En la [Figura 59](#) se presenta los resultados de las titulaciones potencioestáticas por dosificación realizadas a las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂, con sus respectivos puntos de equivalencia pKa₁ y pKa₂ representados como E₁ y E₂ respectivamente, se puede observar que las gráficas siguen la predicción ideal de la ecuación de Henderson–Hasselbalch, por lo tanto, se puede aplicar la teoría de promedio de pKa para determinar el pI. Para el CVR, los puntos de equivalencia se observan en la [Figura 59a](#), en donde se obtuvieron dos puntos ~4.225 y ~7.721 que representan el pKa₁ y pKa₂ respectivamente; por lo tanto, el pI es 5.9, de acuerdo con la [Ecuación 10](#). Para el CVR/N-TiO₂ ([Figura 59b](#)), los puntos de equivalencia fueron ~5.727 y ~7.881 y el pI fue 6.8. Por lo tanto, en medios ácidos donde el pH < pI, el material estará cargado positivamente, por el contrario, en medios básicos donde el pH > pI las espumas tendrán carga negativa.

Diferentes autores han obtenido valores aproximados de pI en carbones y recubrimientos de TiO₂ empleados en la remoción de contaminantes, en la [Tabla 13](#) se presenta los resultados de pI obtenidos por algunos autores. Por su parte, las espumas CVR/N-TiO₂ blanco de esta investigación mostraron un pI de 4.25 como se presentó en el Capítulo 2. Con todo lo anterior, se concluye que los CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza tienen carga total aproximada a otros biocarbones con fines de degradación de contaminantes, alejándose un poco del pI de las espumas blanco.

Lo anterior es relevante para la presente investigación, teniendo en cuenta que el NM es aniónico (debido a su grupo sulfonatado -SO₃⁻) y requiere de adsorbentes con carga neta superficial positiva para favorecer la adsorción mediante fuerzas electrostáticas de atracción; por lo tanto, el rango de pH en el cual el adsorbente mantiene su carga positiva se amplía al ser mayor el pI de dichos adsorbentes mejorando la eficiencia de adsorción del NM, tal y como se observó con CVR y

CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza, esto es una ventaja clave respecto a las espumas blanco de comparación

Figura 59

Titulaciones realizadas a los (a) CVR y (b) CVR/N-TiO₂, para calcular el pI a través de los pKa₁ y pKa₂, representados como puntos de equivalencia.

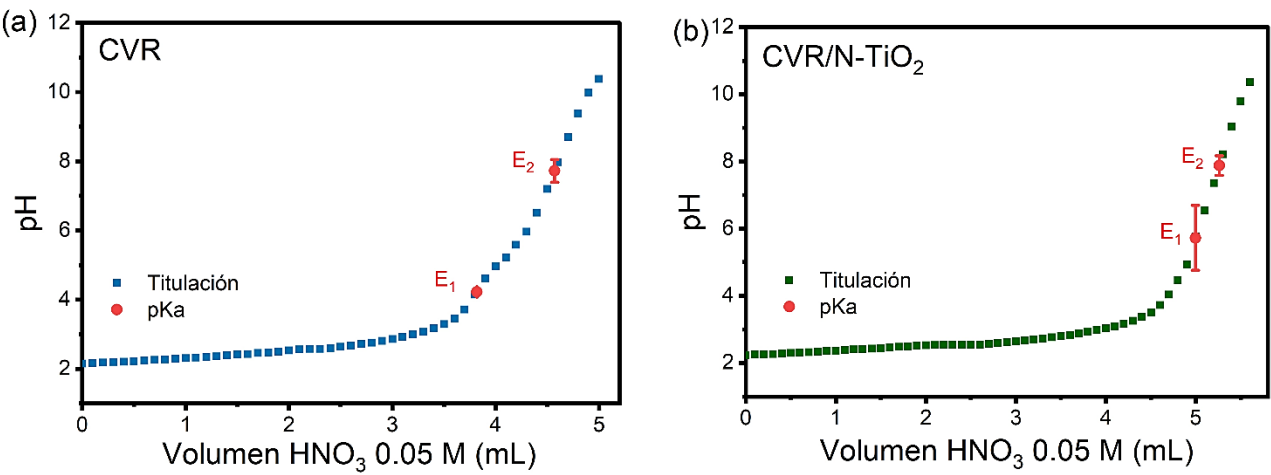


Tabla 13

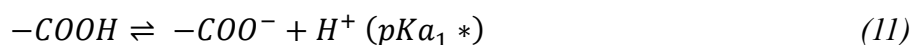
Comparación de pI en materiales relacionados con la presente investigación.

Material	pI	Uso	Referencia
Biocarbón	6.2	Remoción de rojo de metilo	(Teweldebrihan & Dinka, 2024)
Biocarbón	5.3	Remoción de naranja de metilo	(Lee et al., 2024)
Carbón Activado	5.6	Remoción de naranja de metilo	(Lee et al., 2024)
Biocarbón	6.2	Remoción azul de metileno	(Mortada et al., 2024)

CVR (pseudotallo de banano)	5.9	Remoción de naranja de metilo, azul de metileno, rodamina y aguas residuales.	Presente investigación
TiO ₂ (fase anatasa)	6.0-6.9	No aplica	(Leffler et al., 2024)
Biocarbón/TiO ₂	6.4	Remoción de Etileno	(Regadera-Macías et al., 2023)
CVR/N-TiO ₂ (pseudotallo de banano)	6.8	Remoción de naranja de metilo, azul de metileno, rodamina y aguas residuales.	Presente investigación

Como se observó en las [Figura 59](#) los dos materiales presentan una propiedad buffer expresada en el aumento lento del pH (entre los 0-3 mL), debido a grupos funcionales en el biocarbón capaces de retener H⁺, lo anterior se sustenta en que las soluciones de NaNO₃ modificadas con HNO₃ no suelen tener aumentos tan lentos, por lo general el punto de equivalencia está en ~1mL teniendo cambios más pronunciados en la curva de titulación, mientras que una curva suavizada antes del primer punto de equivalencia es típico de biocarbones que retienen o liberan H⁺ progresivamente (Harris, 2010, págs. 209-211).

Los resultados FTIR, XPS y de ζ de los CVR y CV R/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza demostraron la presencia de grupos -COOH y -OH, por lo tanto, cumple la ley de puntos de equivalencia expuesta anteriormente; así las cosas, las reacciones de los grupos -COOH y -OH en la titulación se relacionan en las [Ecuaciones 11 y 12](#):

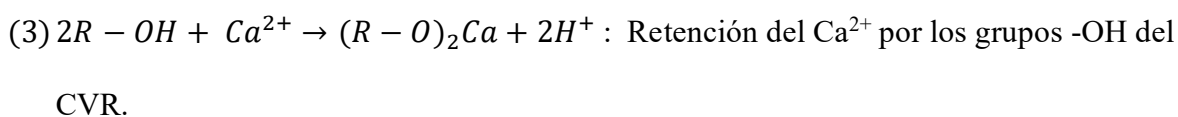
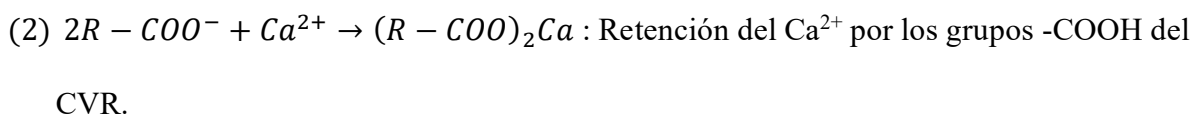
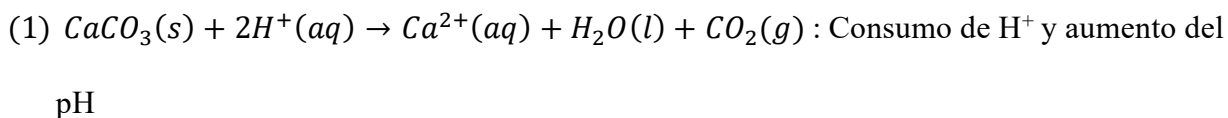


pK_{a1}^* : ~ 4.225 para CVR y ~ 5.727 CVR/N-TiO₂

pK_{a2}^{**} : ~ 7.721 para CVR y ~ 7.881 para CVR/N-TiO₂.

Los resultados de una titulación lenta también confirmaron que los CVR tienen un comportamiento anfótero, neutralizando soluciones ácidas, comportamiento observado en las inflexiones que presentó entre E₁ y E₂ obteniéndose un pI de ~ 5.9 , en este pH se ubican materiales o soluciones con grupos funcionales que contienen cargas positivas y negativas a la vez, siendo capaces de cambiar una solución ácida a básica (Bon et al., 2024; Damodaran & Parkin, 2017), mientras que los CVR/N-TiO₂ tienen un pI de 6.8 sin inflexiones entre E₁ y E₂, esto se debe a la influencia de los grupos funcionales presentes en el recubrimiento del N-TiO₂ que logran estabilizar y desplazar el pI a un valor mayor (Špadina et al., 2018).

Las espumas recubiertas con N-TiO₂ amortiguan las reacciones de CaCO₃, porque es el N-TiO₂ el que interactúa directamente con la solución, es decir, que la interfaz está dada principalmente por el recubrimiento y la solución; además el N-TiO₂ no tiene por sí mismo propiedades anfóteras. Mientras que, para el CVR sin recubrir, la presencia del CaCO₃ promueve la capacidad de neutralización de soluciones ácidas mediante las reacciones presentadas a continuación (Atkins et al., 2018; Harris, 2010):



En medios ácidos el CaCO_3 reacciona con iones de hidrógeno liberando Ca^{2+} , agua y dióxido de carbono (Reacción 1), esta reacción consume H^+ aumentando el pH de la solución; posteriormente, dos grupos carboxílicos presentes en el CVR se disocian a $-\text{COO}^-$ (debido al aumento del pH) y se recombinan con un ión de Ca^{2+} , formando complejos estables en la superficie del carbón (Reacción 2); cuando el pH alcanza un valor cercano a la neutralidad (entre 5 y 7), dos grupos $-\text{OH}$ liberan H^+ al unirse al Ca^{2+} formando un enlace R-O-Ca^+ (Reacción 3), lo cual puede acidificar ligeramente la solución; sin embargo, el sistema se autorregula en presencia del CaCO_3 residual, neutralizando los H^+ liberados en la reacción 3. Por lo tanto, el CaCO_3 en el CVR pueden actuar como buffer, liberando o captando protones lo cual mantiene el equilibrio dinámico mediante la estabilización del pH, mientras que el Ca^{2+} queda retenido en el CVR sin generar precipitaciones, lo anterior se demostrará en las secciones posteriores del presente trabajo (Atkins et al., 2018; Harris, 2010).

Las características anfóteras de los CVR, los hacen apropiados para ser utilizados en medios ácidos que requieran ser llevados a un pH neutro, pues no se degradan fácilmente en entornos ácidos debido a su lenta transición de pH entre los 1-3 mL, por el contrario, son capaces de mantener su estructura y equilibrio superficial ante cambios de pH con ácidos fuertes. Para el caso de los CVR/N- TiO_2 el recubrimiento favorece las reacciones en la que se requiere de un pH constante, y permite que las reacciones redox propias del N- TiO_2 puedan darse efectivamente, contribuyendo a la degradación de contaminantes. Con todo lo anterior, tanto las espumas CVR (anfóteras) como las CVR/N- TiO_2 (sin propiedades anfóteras) tienen destacadas capacidades para ser usadas en la descontaminación de aguas, asunto que se expone en los siguientes apartados.

3.6 Procesos de Adsorción

3.6.1 *Análisis de pH en soluciones de NM*

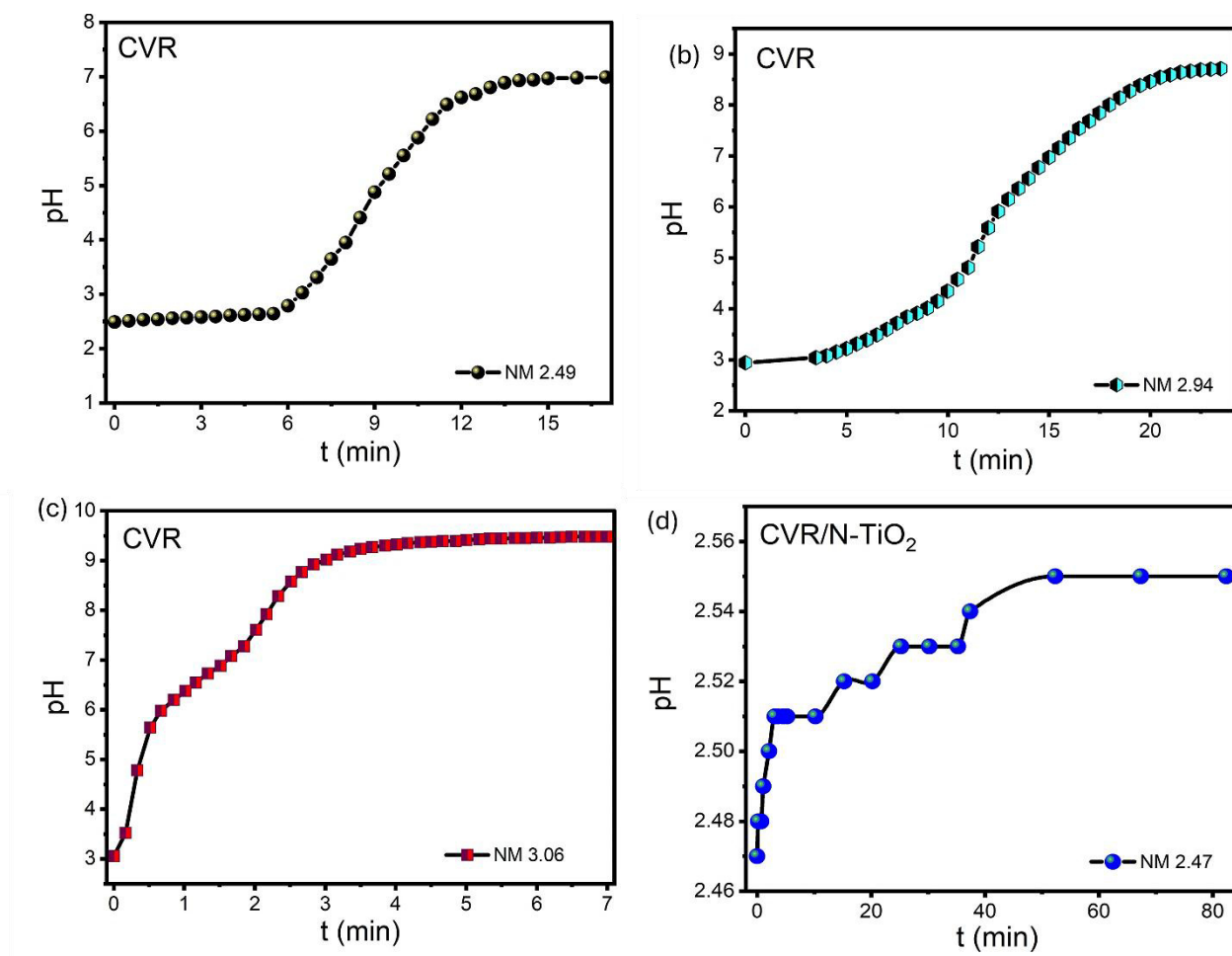
Con el fin de verificar la capacidad espontánea de las espumas CVR para modificar el pH de soluciones ácidas, y teniendo en cuenta que el NM fue el colorante utilizado en los procesos de adsorción de las espumas blanco, se realizaron análisis de cambio de pH sumergiendo espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ en soluciones de NM y se midió el tiempo que tardó la solución en cambiar espontáneamente de pH, los resultados se presentan en la [Figura 60](#). Dado que el colorante naranja de metilo (NM) es un reconocido indicador de pH, la solución inicialmente ácida cambió de color rojo a naranja al neutralizarse (Tang et al., 2023).

En la [Figura 60a](#) se presentan los cambios de pH espontáneo en la solución en contacto con el CVR, se observa un aumento de pH desde 2.49 hasta 7.03 en 15 min; así mismo, se logró apreciar que cuando se alcanza un pH de 2.8 hay una considerable aceleración en el aumento del pH; por lo tanto, se realizaron análisis a pH 2.94 y 3.06, evidenciándose que desde un pH de 2.9 la solución se alcaliniza a partir de los 3 min ([Figura 60b](#)) y para pH desde 3.06 la solución se alcaliniza drásticamente desde los 30 s ([Figura 60c](#)), lo anterior demuestra que para los CVR la cinética de reacción es directamente proporcional al aumento del pH en valores cercanos a ~3.0. Dicho esto, se confirma que el pH entre ~2.4 y ~2.5 tiene la mayor estabilidad para neutralizar la solución de NM (siguiendo la teoría de Henderson–Hasselbalch). Los resultados corroboran lo encontrado en la titulación potencioestática, los CVR son capaces de aumentar el pH en soluciones ácidas (pH<3.0).

Por su parte, los CVR/N-TiO₂ ([Figura 60d](#)) no presentaron aumentos de pH superior al ~2.55, iniciando en pH ~2.47, confirmándose que el recubrimiento es capaz de amortiguar los efectos de cambio de pH.

Figura 60

Resultados de medición de cambio de pH espontáneo en espumas de CVR desde 2.49 (a); 2.94 (b); 3.06 (c) y (d) CVR/N-TiO₂ desde 2.47.



3.6.2 Análisis de Adsorción de NM

Las pruebas de adsorción de NM a través de las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ se realizaron siguiendo la misma metodología presentada en el Capítulo 2. Como se puede observar en la [Figura 61](#), las espumas CVR alcanzaron una adsorción del 98%, este comportamiento difiere de las espumas blanco de CVR, pues los CVR a partir de poliuretano y azúcar solo alcanzaron una eficiencia de remoción del 20%. No obstante, el comportamiento de los CVR a partir de pseudotallo

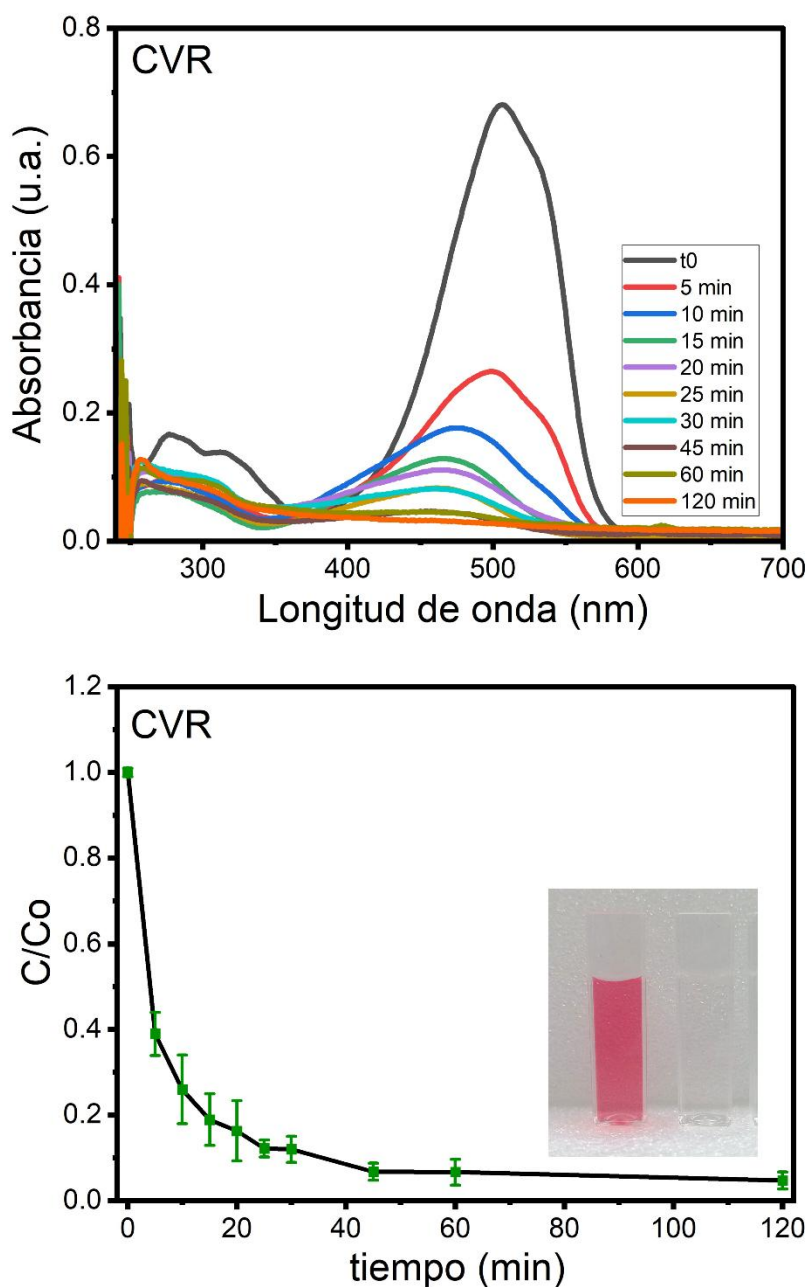
de banano y melaza es cinéticamente similar a las espumas blanco de CVR/N-TiO₂, que comenzaron con una rápida adsorción de NM en los primeros 10 minutos hasta llegar a una remoción superior al 95%.

Así mismo, se destaca la diferencia en el tiempo de equilibrio, pues las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza tardaron cerca de los 45 min en alcanzar el equilibrio de adsorción, mientras que las espumas blanco de CVR/N-TiO₂ tardaron 30 min en alcanzar dicho equilibrio; autores como Lee et al. (2024) y Rangu et al. (2025), atribuyen este comportamiento a diferencias en la estructura morfológica de los materiales, específicamente a los tamaños de poro. Considerando que la molécula de NM (C₁₄H₁₄N₃NaO₃S) tiene un tamaño aproximado de 1.19 nm x 0.68 nm x 0.37 nm, se deduce que los poros con dimensiones cercanas a los 2 nm tendrían estrechamiento y restricción esférica dificultando la difusión del NM; por lo tanto, se requiere de estructuras con diámetros de poro superiores a los 10 nm para lograr una difusión acelerada del NM hacia los sitios activos del material (Iwuozor et al., 2021).

Lo anterior coincide con los resultados obtenidos en la presente investigación de acuerdo con los análisis SEM, BET y ECSA, en donde las espumas blanco mostraron tamaños de poro dos veces mayores que los CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza, por lo anterior, el tamaño de poro de las espumas influyó en la difusión acelerada del NM a través de los sitios activos del CVR. Sin embargo, cabe destacar que las espumas CVR (sin recubrimiento) a partir de pseudotallo de banano y melaza aumentaron su capacidad de remoción de NM (26.52 mg/g) en un 258% con respecto a las espumas blanco CVR/N-TiO₂ (7.40 mg/g). Esta marcada diferencia será analizada en secciones posteriores.

Figura 61

Espectro UV-Vis (parte superior) y cinética de adsorción de NM (parte inferior) a través del CVR obtenido mediante pseudotallo de banano y melaza.



Por otro lado, al comparar los espectros UV-Vis de las soluciones tratadas con los CVR, presentados en la [Figura 61a](#), es posible apreciar un desplazamiento del máximo de absorción de

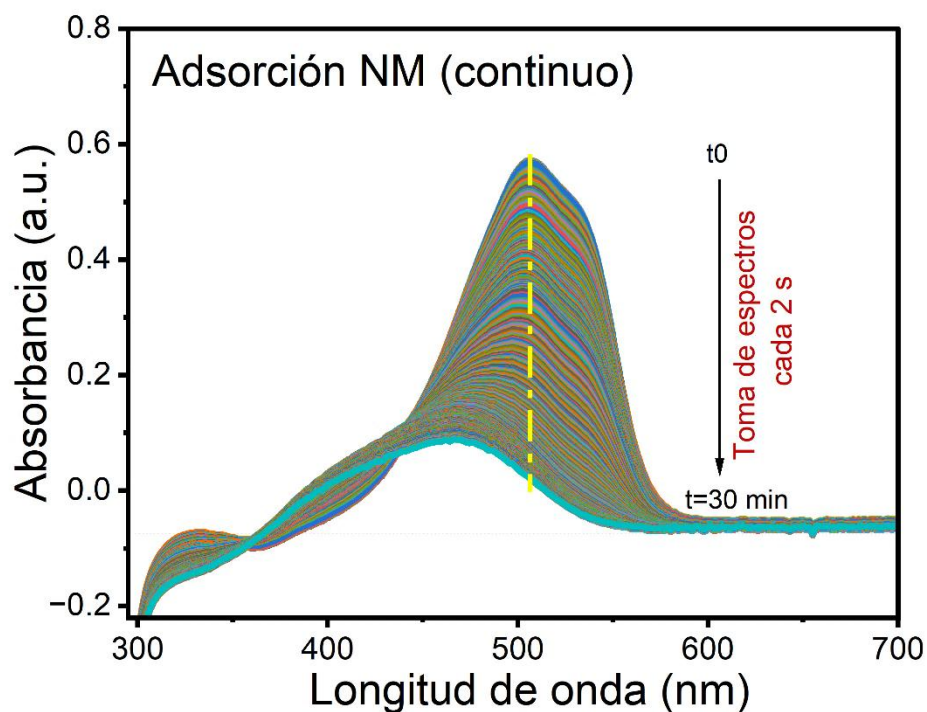
~505 nm a ~464 nm, este comportamiento es esperado considerando que la banda de absorción principal para el NM a pH entre 1-3 se ubica a una longitud de onda cercana a los 505 nm, mientras que a $\text{pH} > 4$ dicho máximo se desplaza a longitudes de onda entre los ~417 y ~478 nm (Sarfo et al., 2023), el desplazamiento confirma los resultados obtenidos en la titulación potencioestática y los análisis de cambio de pH espontáneo, en donde se evidenció que los CVR tenían la propiedad de neutralizar la solución desde un pH de ~2.5 a un pH de ~7.

Aun así, para confirmar la estrecha relación entre la cinética de adsorción y el cambio de pH, se realizaron análisis de absorbancia en continuo en la Pontificia Universidad Católica de Chile (Chile), para esto se utilizó un espectrofotómetro UV-Vis Ocean Optics USB-DT con integración HR40, programado para registrar espectros cada 2 s; para el flujo continuo se utilizaron dos bombas peristálticas idénticas MasterFlex C/L con mangueras Tygon 95609-10, se utilizaron dos entradas y dos salidas a la celda que contenía la solución de NM. Los resultados se presentan en la [Figura 62](#).

De acuerdo con los resultados, el desplazamiento del máximo de adsorción en el espectro UV-Vis (relacionado con el cambio de pH en la solución) presenta una correlación directa con el proceso de adsorción del NM; pues se observó que el mencionado desplazamiento del máximo de adsorción desde los 505 nm a los 468 nm ocurre en simultaneo con la remoción del NM de la solución, dicha remoción se evidencia con la cinética de adsorción, que pasa de 5 mg/L a 2 mg/L en 15 min.

Figura 62

Espectros UV-Vis de absorbancia de NM en continuo mediante espumas CVR a partir de pseudotallo y melaza.



Estos hallazgos en los CVR sin recubrimientos le atribuyen características superiores a los CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza para la remediación de aguas, dada su capacidad de neutralizar la solución acuosa mientras realiza el proceso de adsorción; además, dicha capacidad de adsorción no está limitada al recubrimiento de N-TiO₂, demostrando que el reemplazo de las plantilla de poliuretano por plantillas de pseudotallo de banano y el reemplazo de azúcar refinada por melaza, fue efectiva no sólo para la síntesis de los CVR sino también para su uso en la remediación de aguas alteradas con colorantes.

Los resultados de las pruebas de adsorción con el CVR/N-TiO₂ se presentan en la [Figura 63](#), Los espectros UV-Vis no muestran un desplazamiento de la banda de absorción principal para el NM, lo cual es indicativo de que no hubo un cambio importante en el pH de la solución, a diferencia

de lo observado para el CVR sin modificar; corroborándose así lo antes mencionado en el sentido de que el recubrimiento de N-TiO₂ evita que ocurra la reacción de neutralización de los iones H⁺ de la solución por el CaCO₃ residual, presente en el CVR.

Adicionalmente, se observó que la cinética de adsorción difiere de las espumas blanco. La adsorción de NM en las espumas blanco ocurre de forma acelerada en los primeros 10 min (como se mencionó anteriormente) mientras que los CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza adsorben el NM de forma progresiva hasta alcanzar el equilibrio; al igual que para los CVR este comportamiento se atribuye a la capacidad de difusión acelerada del NM acorde con el tamaño de poro del material; así mismo, se consideró el taponamiento de los poros más pequeños a causa del recubrimiento de N-TiO₂, como se pudo observar en las micrografías FESEM, lo anterior también explica el hecho de que la eficiencia de adsorción de los CVR/N-TiO₂ disminuyó en un 15% con respecto a los CVR sin recubrir. No obstante, la capacidad de remoción respecto a las espumas blanco sigue siendo superior en términos de mg/g, como se presenta en la [Tabla 14](#).

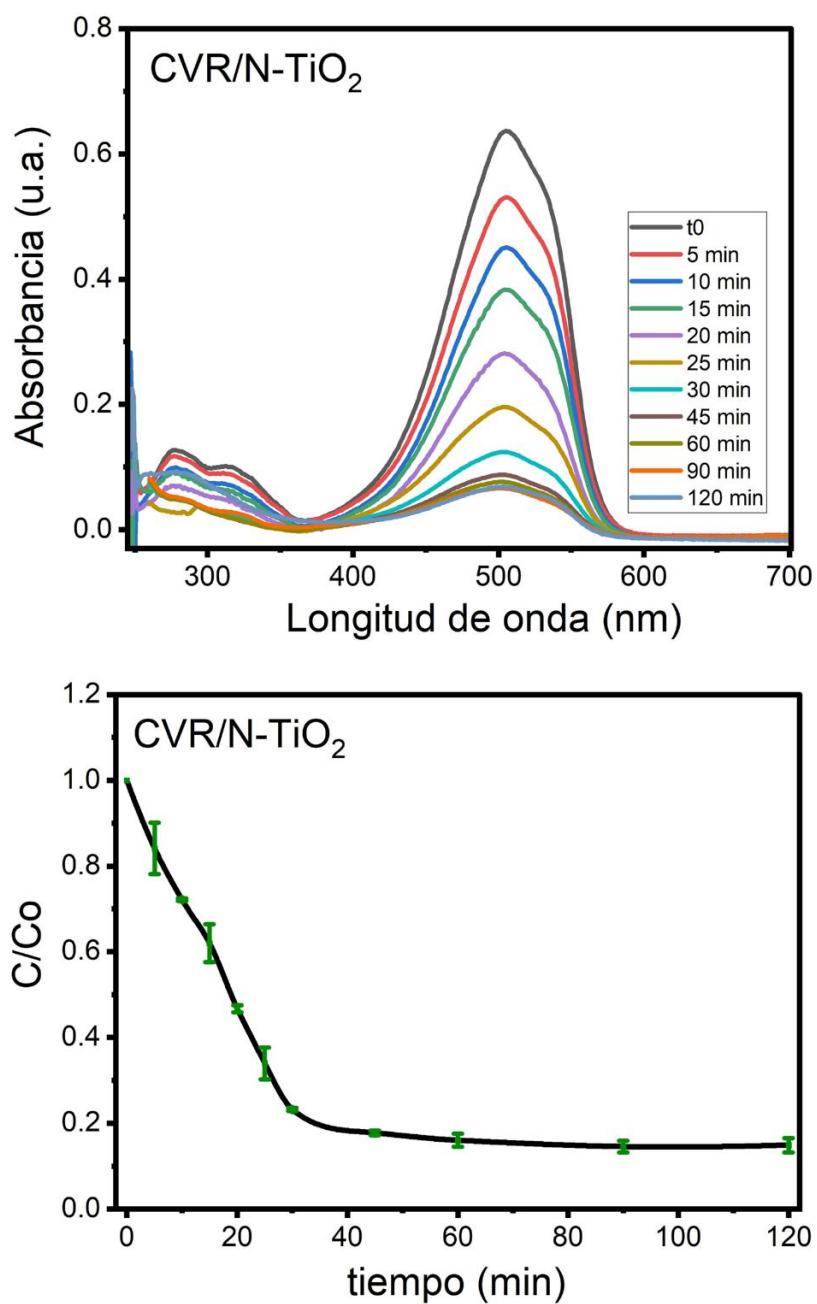
Tabla 14

Comparación de la eficiencia y capacidad de adsorción de NM a través de las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ desarrolladas en la presente investigación.

Material	Eficiencia	Cantidad Removida
	NM25 mL (5mg/L)	NM 25 mL (5mg/L)
CVR (Pseudotallo y melaza)	~ 98%	~4.85 mg/L
CVR/N-TiO ₂ (Pseudotallo y melaza)	~ 88%	~4.35 mg/L
CVR ((Poliuretano y azúcar)	~ 19%	~ 0.94 mg/L
CVR/N-TiO ₂ (Poliuretano y azúcar)	~95 %	~ 4.72 mg/g

Figura 63

Espectro UV-Vis de absorbancia (parte superior) y cinética de adsorción de NM (parte inferior) a través de CVR/N-TiO₂ obtenido a partir de pseudotallo de banano y melaza.



Por otro lado, las diferencias en la cinética de adsorción pueden estar relacionadas con factores como la mojabilidad, las fuerzas de atracción o repulsión en la interfaz de la superficie y la solución y las reacciones ocurridas por posibles ROS (Mohammad et al., 2019); dichos factores se abarcarán en las siguientes secciones.

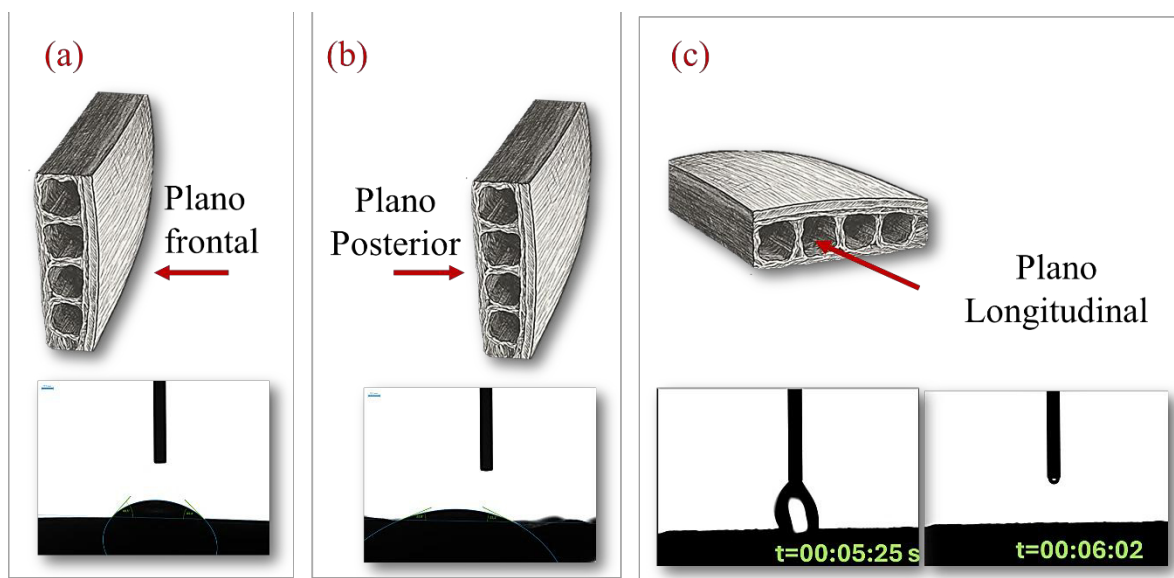
3.6.3 Análisis de Ángulo de Contacto

Las mediciones de ángulo de contacto de los CVR y CVR/N-TiO₂ se realizaron en tres secciones de las muestras: plano frontal, plano posterior y plano longitudinal (sección reticular). Al igual que en las espuma blanco, los análisis se realizaron por separado en presencia de agua desionizada y soluciones de NM (5 mg/L pH 2.5), con el fin de verificar la hidrofiliidad de las espumas.

En la [Figura 64](#) se presentan los resultados de ángulo de contacto realizado a las espumas de CVR en presencia de agua. Para el plano frontal ([Figura 64a](#)) se obtuvo un ángulo de 49.5°, para el plano posterior ([Figura 64b](#)) se obtuvo un ángulo de 25.2° y para el plano longitudinal ([Figura 64c](#)) el ángulo obtenido fue de 0° en un tiempo de tan sólo ~1 ms.

Figura 64

Imágenes de ángulo de contacto obtenidas para el CVR en presencia de agua. Plano frontal (a); plano posterior (b) y plano longitudinal (c).



Nota: Los dibujos de los planos del CVR se realizaron con inteligencia artificial utilizando una fotografía real del CVR. El dibujo se obtuvo con DALL·E, usando el Prompt: Help me turn this picture into a drawing.

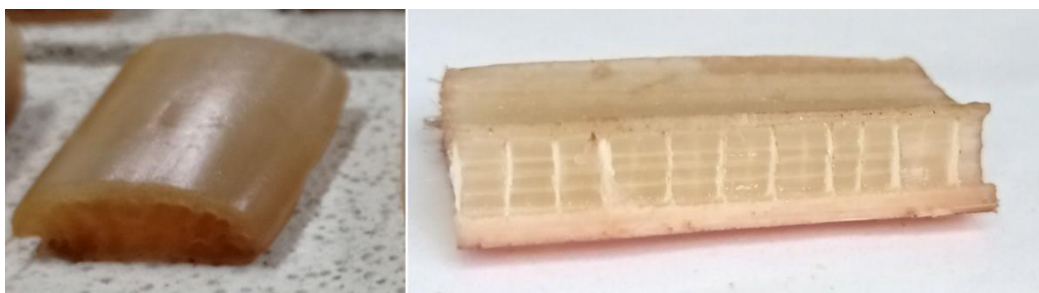
Como se mencionó en el Capítulo 2, se considera que un material es hidrofílico si el ángulo de contacto es inferior a los 90° , de lo contrario se considera hidrofóbico (Pavese et al., 2008), dicho esto, las espumas CVR están dentro de los materiales hidrofílicos; no obstante, de las mediciones hechas se puede concluir que el grado de hidrofiliicidad de la superficie carbonosa es dependiente de la estructura de la corteza vegetal presente en la plantilla precursora del carbón (pseudotallo de banano). Como se puede observar en la [Figura 65](#), el pseudotallo presenta dos cortezas que envuelven los retículos, una con mayor grosor que la otra.

De acuerdo con Sango et al. (2018), la corteza del pseudotallo está compuesta por microfibrillas cilíndricas que sirven como soporte estructural y a su vez como capilares para el transporte de agua y nutrientes. Estas fibrillas se apilan hasta formar la corteza del pseudotallo (como se observó en las micrografías ópticas), por tal motivo, al carbonizarse la plantilla de sacrificio impregnada con resina de melaza, el CVR resultante adoptó la morfología de la plantilla de sacrificio; incluyendo las cortezas gruesa y delgada; por lo cual, el plano en el cual hay mayor apilamiento de microfibrillas el tamaño de poro es menor y por lo tanto, hay un mayor de ángulo de contacto; aun así, cabe mencionar que el CVR tiene un carácter hidrofílico en todas sus caras al no superarse los 90° .

Por otro lado, el ángulo de contacto es de 0° inmediatamente después de caer la gota en el plano longitudinal, esto se debe a que el plano longitudinal corresponde a la sección en donde coinciden los retículos y los poros de las microfibras con la dirección de descarga de la gota de agua, por tal motivo la adsorción se logra de forma acelerada, es de recordar que los tamaños de los poros de los CVR son de aproximadamente 13 nm de acuerdo con los análisis BET de los carbones 3D (sin pulverizar las espumas), considerándose un material mesoporoso.

Figura 65

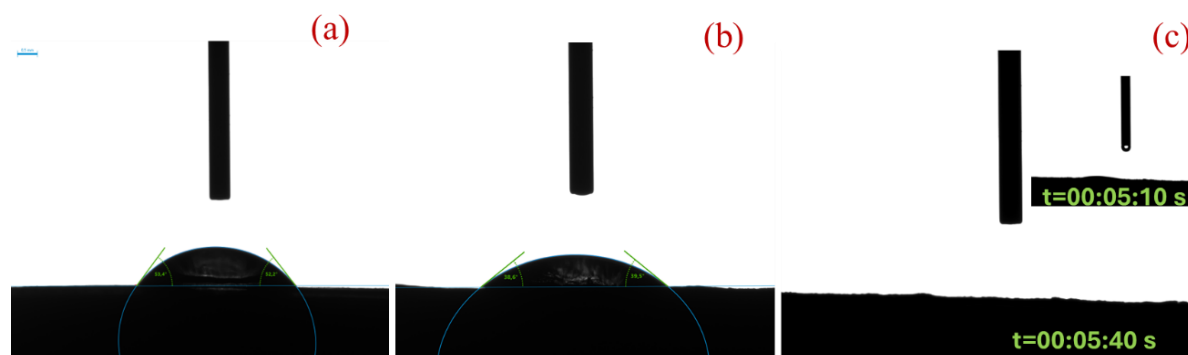
Fotografía de pseudotallo de banana cortado en piezas. Se puede apreciar una corteza gruesa (foto a la izquierda) y una delgada que recubre la zona reticular (foto a la derecha).



Los análisis de ángulo de contacto realizados a los CVR en presencia de NM se presentan en la Figura 66. Se observa en las imágenes el plano frontal (Figura 66a) con un ángulo de 53.4° , plano posterior (Figura 66b) con un ángulo de 39.5° y plano reticular (Figura 66c) con un ángulo de 0° en 0.30 ms. Los resultados son similares a los obtenidos en presencia de agua desionizada; sin embargo, en presencia de NM se observó un ligero aumento en el ángulo de contacto, este resultado era de esperarse teniendo en cuenta el tamaño de la molécula de NM, que como se mencionó anteriormente requiere de poros mayores a 10 nm para difundirse aceleradamente en un material poroso.

Figura 66

Análisis de ángulo de contacto de los CVR, en presencia de NM (5 mg/L a pH 2.4). Plano frontal (a); plano posterior (b) y plano longitudinal (c).



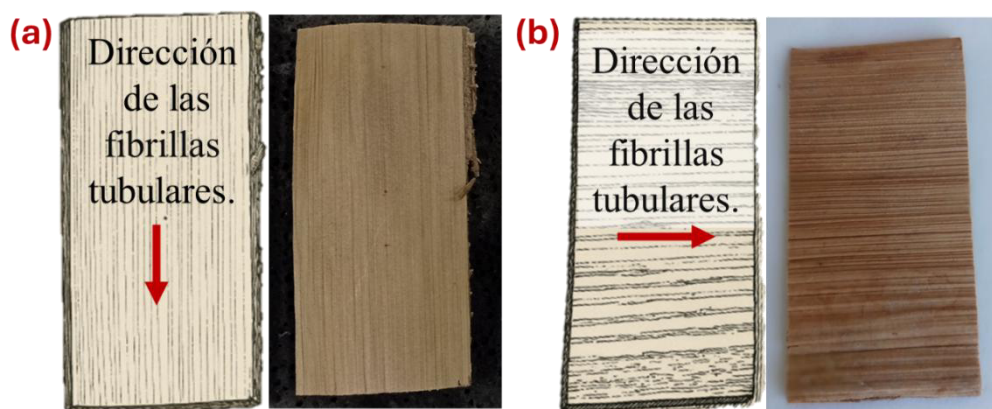
Los resultados de ángulo de contacto obtenidos en los CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza coinciden con los análisis realizados en los ensayos de adsorción, al describirse que la velocidad de adsorción puede verse afectada por el tamaño de los poros más pequeños presentes en el pseudotallo de banano. De acuerdo con estos resultados la capa frontal es en la que mayor dificultad tiene la gota de agua o de NM para entrar en los retículos del material; mientras que la sección longitudinal es en la que se presenta la mayor aceleración de difusión debido a que la solución ingresaría directamente a las fibrillas cilíndricas y a los retículos del pseudotallo; por lo

tanto hay una sección preferencial para el corte de las piezas de pseudotallo, que en este caso sería la sección transversal, pues permitía el mayor contacto de la solución con los poros y los retículos más grandes del CVR, favoreciendo la difusión molecular. En la [Figura 67](#), se presentan muestras del pseudotallo con corte longitudinal ([Figura 67a](#)) y transversal ([Figura 67b](#)), en donde se aprecia hacia qué dirección se orientan las fibrillas que conforman la estructura reticular de la plantilla.

Figura 67

Representación gráfica de los cortes realizados al pseudotallo de banana para síntesis de CVR.

Dirección longitudinal(a); dirección transversal (b).



Nota: Los dibujos de los cortes del pseudotallo se realizaron con inteligencia artificial utilizando la fotografía real del pseudotallo después del secado. El dibujo se obtuvo con DALL·E, usando el Prompt: Help me turn this picture into a drawing.

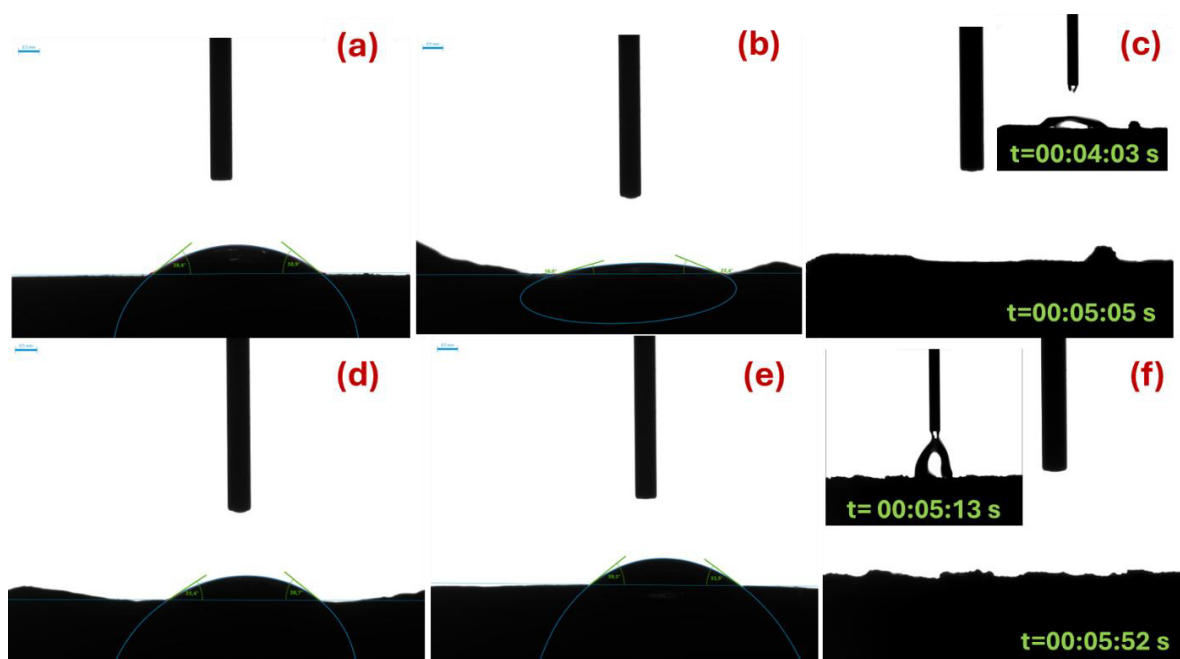
Los resultados del ángulo de contacto obtenidos para el CVR/N-TiO₂ en presencia de agua desionizadas se presentan en la [Figura 68](#). Sobre el plano frontal ([Figura 68a](#)) el ángulo de contacto fue 38.9°, sobre plano posterior ([Figura 68b](#)) este fue de 22.4° y para el plano longitudinal ([Figura 68c](#)) se obtuvo un valor de 0° en ~1ms.

Los resultados obtenidos en los CVR/N-TiO₂ en presencia de NM para el plano frontal se presentan en la [Figura 68d](#), en donde se puede observar que el ángulo medido fue de 38.7°; para el plano posterior ([Figura 68e](#)) el resultado fue de 39.3° y, para el plano reticular ([Figura 68f](#)) el ángulo fue de 0° en 0.39 ms. De acuerdo con lo anterior, en los CVR/N-TiO₂ ocurre el mismo fenómeno que en los CVR al incrementarse el ángulo de contacto en presencia del NM; como se mencionó anteriormente, es de esperarse este comportamiento debido al tamaño de la molécula del NM, siendo estos resultados acordes con los análisis previos de adsorción de NM. Dados los resultados se confirma la naturaleza hidrofílica de los CVR/N-TiO₂.

La propiedad hidrofílica de las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ se debe a su morfología porosa y a sus características fisicoquímicas (grupos funcionales, potencial zeta, capacitancia de doble capa y punto isoeléctrico) lo cual favorece la tasa de disipación relacionada con la hidrodinámica (promovida por los poros) y la energía interfacial agua - carbón (promovida por las características fisicoquímicas de la superficie) (Li et al., 2015).

Figura 68

Análisis de ángulo de contacto realizado en los planos frontal, posterior y longitudinal de las espumas CVR/N-TiO₂ en presencia de agua desionizada y NM en solución acuosa.



Nota: En presencia de agua desionizada: Plano frontal (a), plano posterior (b) y plano longitudinal (c). En presencia de NM: Plano frontal (d), plano posterior (e) y plano longitudinal (f).

Cabe mencionar que los resultados de ángulo de contacto obtenido en los CVR y CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza comparados con la espuma blanco difieren en algunos aspectos, por ejemplo, el CVR blanco mostró tendencia hidrofóbica superando los 90° para las soluciones de NM, mientras que CVR a partir de pseudotallo de banano mostró hidrofiliicidad en los tres planos, incluyendo una veloz retención del agua y de NM en el plano reticulado. Otra diferencia es que, dada la naturaleza vegetal del pseudotallo, la hidrofiliicidad de sus carbones varía de acuerdo con los planos de medida, mientras que para los CVR y CVR/N-TiO₂ blanco, la

hidrofilicidad es la misma en cualesquiera de los planos debido a la estructura homogénea de la plantilla (espuma de poliuretano de 30 ppi).

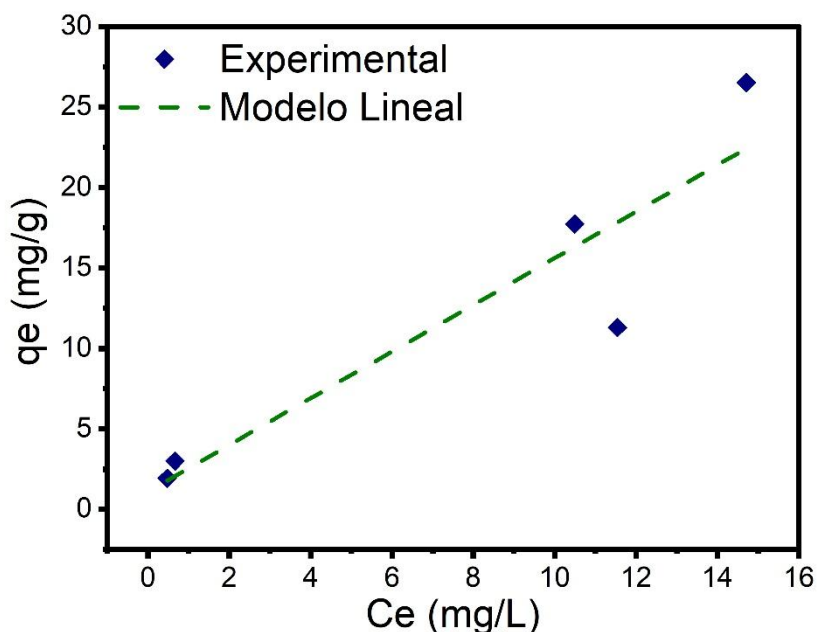
3.6.4 Isotermas de Adsorción

Las isotermas de adsorción de las espumas CVR se obtuvieron a través de la misma metodología aplicada a las espumas blanco, basada en el método por lotes descrito por (Chen et al., 2010). Los datos experimentales se ajustaron a los modelos de Langmuir, Freundlich, Temkin, and Dubinin-Radushkevich (DR) detallados en la sección de adsorción del Capítulo 2, Para determinar el R^2 se calculó la raíz cuadrada media de los errores (RMSE, por sus siglas en inglés), con el fin de medir la diferencia o concordancia entre los valores experimentales y los predichos en los modelos y así determinar cuál modelo se ajusta mejor a los análisis realizados.

Los resultados experimentales se presentan en la [Figura 69](#), donde se observó un comportamiento lineal que confirma una relación adecuada entre adsorbente y adsorbato, esto se relaciona con una capacidad favorable en la descontaminación de aguas, al ser directamente proporcional la cantidad de adsorbato en el medio versus la cantidad de sustancia adsorbida por unidad de masa del adsorbente (Martini et al., 2018).

Figura 69

Representación gráfica de la isoterma experimental de adsorción de NM a través de CVR.

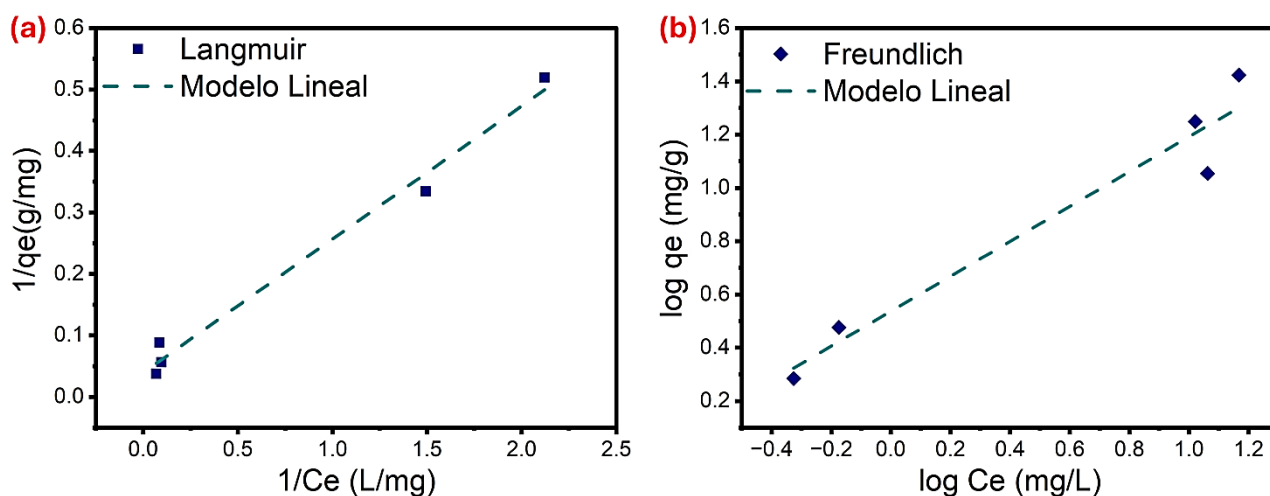


La Isoterma según el modelo de Langmuir se presenta en la [Figura 70a](#); de acuerdo con los resultados el ajuste fue lineal con un R^2 de 0.99 este resultado difiere de la isoterma de Langmuir obtenida en la espumas blanco de comparación, las cuales presentaron un comportamiento no lineal, lo anterior se debe a que los CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza no alcanzan la saturación bajo las concentraciones planteadas, por lo tanto se prevé que estos CVR tienen una mayor capacidad de adsorción. Sin embargo, cabe resaltar que, debido a que la solución de NM acidificada a pH ~ 2.5 se satura a 100 mg/L y se precipita a concentraciones superiores; no fue realizar análisis de las isotermas a concentraciones superiores a esa concentración. Para el caso de las espumas blanco, sí se alcanzó la saturación, como se observó en la [Figura 21](#) del Capítulo 2. Dicho esto, de acuerdo con los modelos de Langmuir, las espumas CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza superan el alcance de adsorción de las espumas blanco.

Los análisis del modelo de Freundlich se presentan en la [Figura 70b](#), se observó un comportamiento lineal, con un R^2 de 0.97, indicando una buena relación entre el adsorbente-adsorbato en interacciones heterogéneas y una buena coincidencia de los datos experimentales respecto a los esperados por el modelo (Misran et al., 2022); sin embargo, no son lo suficientemente cercanos, comparados con el modelo de Langmuir.

Figura 70

Representación gráfica del modelo lineal de Langmuir (a) y Freundlich (b), realizadas con espumas de CVR obtenidas a partir de pseudotallo y melaza.

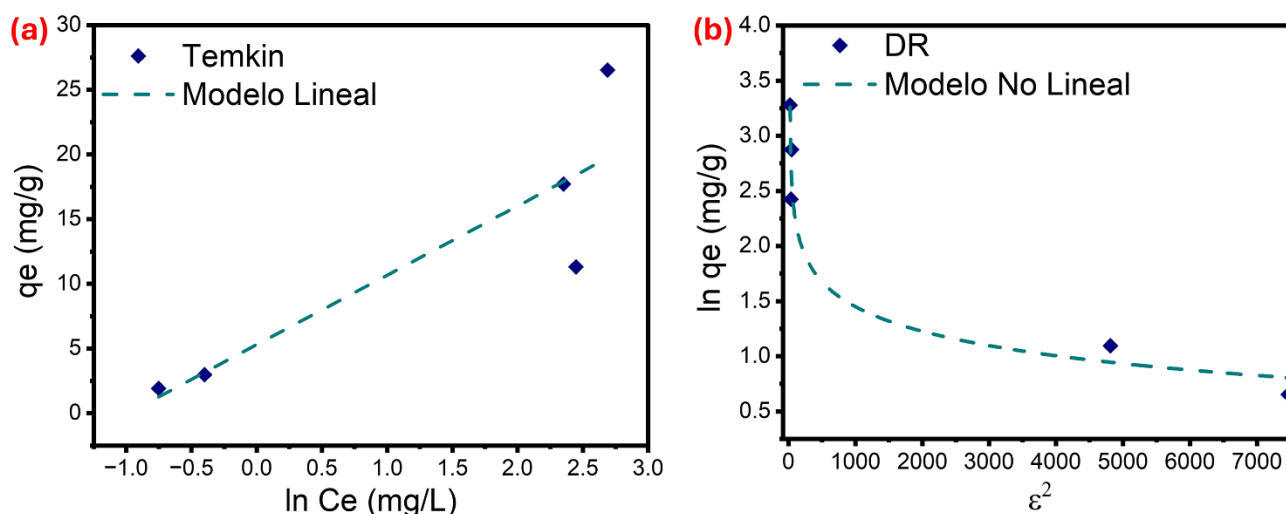


Los análisis del modelo de Temkin ([Figura 71a](#)) muestran también un ajuste lineal, con un alto coeficiente de determinación representado en un R^2 de 0.988, indicando incidencia de energía calorífica en el proceso de adsorción, lo cual infiere la presencia de procesos de quimisorción. Este comportamiento indica posibles variaciones energéticas durante la adsorción, posiblemente relacionadas con los cambios del pH en la solución; dichos cambios requieren de energía de Gibbs para procesos de protonación/desprotonación de los grupos funcionales superficiales involucrados (Chun et al., 2013; Salvestrini et al., 2022). Por último, los resultados del modelo de Dubinin-

Radushkevich (DR) pueden observarse en la [Figura 71b](#), de acuerdo con los análisis el comportamiento no lineal descarta la adsorción heterogénea de superficie debido a la energía gaussiana (Díaz-Cañas et al., 2024).

Figura 71

Representación gráfica de las isothermas de Temkin (a) y DR (b), realizadas con espumas CVR obtenidas a partir de pseudotallo y melaza.



De acuerdo con los resultados, los ajustes de los modelos de las isothermas analizadas en los CVR (a partir de pseudotallo de banano y melaza) presentaron diferencias respecto a las espumas blanco de comparación, tanto en su representación lineal como en los valores de los parámetros de dichas isothermas ([Tabla 15](#)), confirmándose que los CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza exhiben mecanismos de adsorción diferentes a las espumas de control (blanco de comparación). Dentro de dichas diferencias se encontró que las espumas blanco exhibieron un mayor ajuste al modelo de Freundlich; mientras que los CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza se ajustaron mejor al modelo de Langmuir (con un R^2 de 0.993), señalando la prevalencia del mecanismo de fisisorción en monocapa, donde el adsorbente atrae a la superficie al adsorbato, con sitios activos

iguales y energéticamente equivalentes; adicionalmente, un $0 < R^2 < 1$, denota un proceso de adsorción favorable bajo condiciones específicas (Martini et al., 2018; Nandiyanto et al., 2021). Por su parte, El q_m (capacidad máxima de adsorción) alcanzado por los CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza fue de 25.13 mg/g siendo 7.6 veces superior al obtenido en las espumas blanco (3.305 mg/g).

El modelo de Freundlich, exhibió un valor K_F (constante de afinidad) de 1.71 L/mg, para los CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza, este valor es similar al obtenido en las espumas blanco de comparación (1.75 L/mg); el valor de n fue superior a 1 para los dos casos (CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza versus blanco) denotando fisisorción. Así mismo, el valor de E_a (energía promedio de adsorción) fue inferior a 8 KJ/mol indicando fisisorción principalmente promovida por fuerzas electrostáticas.

Tabla 15

Cuadro comparativo de los Parámetros y R^2 de las isothermas de Langmuir, Freundlich, Temkin y Dubinin-Radushkevich (DR), realizadas con espumas CVR obtenidas a partir de pseudotallo y melaza.

Modelo	Parámetro	Valor	R^2
Langmuir	q_m (mg/g)	25.13	0.993
	K_L (L/mg)	0.1836	
Freundlich	K_F (L/mg)	1.71	0.971
	N	1.52	
Temkin	A (L/mg)	2.68	0.988
	B_t	5.36	
DR	q_m (mg/g)	17.16	0.977
	E_a (KJ/mol)	1.262	

No obstante, el alto coeficiente de determinación obtenido para el modelo de Temkin ($R^2=0.988$) indica la presencia de la quimisorción, atribuida a la interacción entre la solución de NM y los grupos funcionales oxigenados ($-\text{COO}^-$, CO , OH) presentes en los CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza.

El mecanismo de fisisorción para el NM depende de factores como la cantidad de sitios activos efectivos, es decir, aquellos en los que la atracción molecular se dé plenamente, por lo general se relaciona con los mesoporos, la carga positiva en la superficie del material a pH 2.5 y las interacciones electrostáticas con el grupo sulfonato (SO_3^-) que le da la característica aniónica al NM (Mohammad et al., 2019); lo descrito anteriormente se hace plausible debido a los puntos isoeléctricos del CVR ($\text{pI}=5.9$), según el cual a valores de pH menores de 5.9 el material está cargados positivamente, favoreciendo la atracción electrostática entre la superficie del material y el NM.

Otra interacción relacionada con el mecanismo de fisisorción es el enlace $\pi-\pi^*$ que ocurre cuando los electrones desapareados de un átomo de oxígeno (presente en la superficie del carbón) se desarticulan en el orbital π del anillo aromático del NM, favoreciendo la adsorción del colorante (Chen et al., 2024). Por último, están los enlaces de hidrógeno que para la fisisorción ocurre por interacciones dipolo-dipolo entre el hidrógeno disponible en la superficie del material y los átomos de oxígeno o nitrógeno disponibles en el NM, lo cual ocurre debido a la presencia de H^+ en el medio, promovido por el ajuste previo del pH en un valor de 2.5 mediante la adición de HNO_3 (Parker et al., 2012).

Con lo anterior, se evidencia que el reemplazo de las plantillas de sacrificio (poliuretano por pseudotallo de banano) y el reemplazo del precursor de resina (azúcar de mesa por melaza), fue efectivo en cuanto a capacidad de adsorción del CVR, superando a las espumas blanco, en cantidad

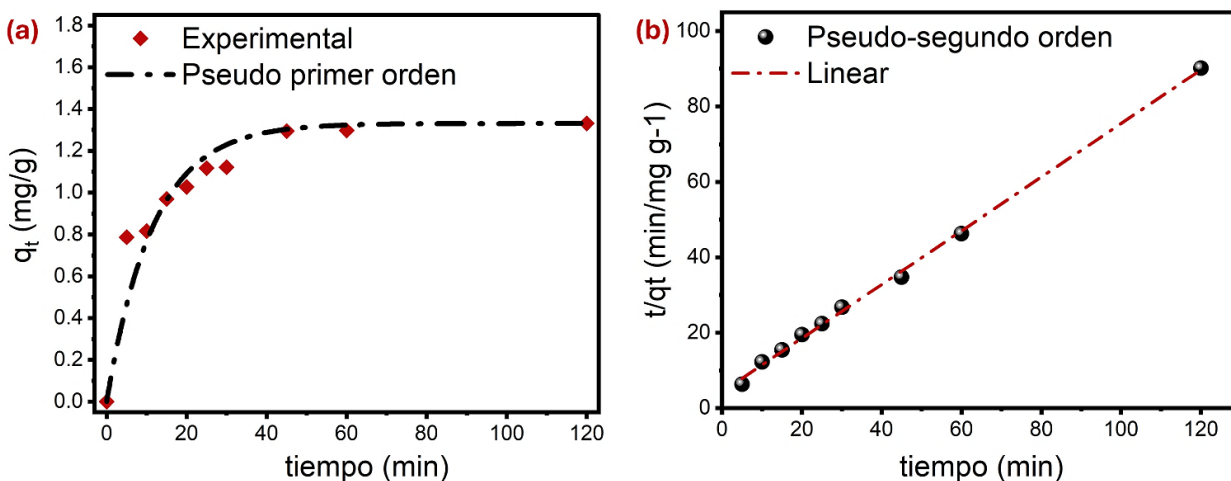
de NM adsorbida por unidad de masa de CVR. Lo cual es interesante, porque a pesar de que los tamaños de poro de los CVR son más pequeños, disminuyendo la velocidad de adsorción (debido al tamaño de la molécula de NM), la cantidad y variedad de los poros repercute en una área superficial mayor (como se demostró en los resultados BET y ECSA) con mayor número de sitios activos efectivos, por lo tanto, se requiere de menos CVR y CVR/N-TiO₂ de pseudotallo de banano y melaza, para alcanzar la cantidad de NM adsorbida de las espumas blanco.

3.6.5 Cinética de Adsorción

Los análisis de cinética de adsorción de las espumas CVR se obtuvieron siguiendo los modelos de pseudo-primer y pseudo-segundo orden, tal y como se realizó con las espumas blanco. La cinética de adsorción examina la velocidad con la que el NM interactúa con un material, permitiendo la comprensión de este fenómeno en términos numéricos y cualitativos (Et-Tanteny et al., 2024). Los resultados se presentan en la [Figura 72](#), en donde se aprecia que el modelo de pseudo-primer orden ([Figura 72a](#)) no tiene un ajuste lineal, por lo cual se descarta que la velocidad de adsorción de NM depende de la cantidad de sitios activos (Martini et al., 2018); por el contrario, los resultados de pseudo-segundo orden ([Figura 72b](#)) representan un ajuste lineal apropiado con un R² de 0.996, indicando que las moléculas de NM pueden adsorberse en sitios activos con diferentes energías de enlace.

Figura 72

Representación gráfica de los análisis de cinética de adsorción basados en los modelos de: (a) pseudo-primer y (b) pseudo-segundo orden del CVR.



De acuerdo con la investigación de adsorción de NM mediante un biocarbón, realizada por Martini et al. (2018), este proceso puede implicar intercambio iónico promovido por grupos funcionales (tales como -OH -COOH y C=O) en la superficie del biocarbón, lo cual es posible en colorantes azoicos (como el NM) que pueden participar en procesos redox debido a su grupo azo (-N≡N-); dichas interacciones son determinantes en una cinética de pseudo-segundo orden, porque reflejan una rápida adsorción en corto tiempo. Lo anteriormente descrito coincide con los resultados obtenidos en los análisis de potencial Zeta, titulación potencioestática y velocidad de adsorción en cuanto a la presencia e inferencia de los grupos -OH -COOH y C=O, en el proceso de adsorción de NM. El cálculo de los valores de R^2 y demás parámetros de los modelos de pseudo-primer y pseudo-segundo orden se presentan en la [Tabla 16](#).

Tabla 16

Cuadro comparativo de los parámetros y R^2 de los modelos de cinética de adsorción: Pseudo-primer y pseudo-segundo orden.

Modelo de Cinética de Adsorción	Parámetros	Valor	R^2
Pseudo-primer orden	q_e (mg/g)	1.2305	0.909
	K_1	0.086	
Pseudo-segundo orden	q_e (mg/g)	1.381	0.998
	K_2	0.15	

3.7 Degradación de Naranja de Metilo mediante Fotocatálisis

3.7.1. Fotocatálisis con Espumas de CVR/N-TiO₂ a Partir de Pseudotallo de Banano y Melaza

Se realizaron pruebas de degradación fotocatalítica para determinar si los CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza lograban el alcance de las espumas blanco (poliuretano y azúcar de mesa).

Los resultados de los análisis de fotocatálisis se presentan en la [Figura 73](#), en donde se observa una capacidad de degradación de NM del 91.16 % de los cuales el ~80% fue remoción en oscuridad. De la misma manera que ocurre con las espumas blanco, el mecanismo predominante es la adsorción, en consecuencia, el proceso de fotodegradación se ve enmascarado. No obstante, a través de las pruebas electroquímicas de OCP se verificó la acción de la irradiación de luz visible sobre el CVR/N-TiO₂ sumergido en solución de NM, al presenciarse el cambio en el potencial del electrodo tras ser iluminado evidenciándose la absorción de fotones y la generación de portadores de carga, lo cual reconoce la reacción fotocatalítica dentro del proceso de degradación del colorante.

Cabe resaltar una pequeña disminución del $\sim 4\%$ en la eficiencia de remoción de NM en comparación con el blanco de CVR/N-TiO₂, además de que la velocidad de adsorción ocurre paulatinamente en los intervalos de tiempo establecidos; mientras que, en las espumas blanco, la velocidad de adsorción es rápida en los primeros 10 min, seguida de una desaceleración en los siguientes 110 min, este comportamiento fue analizado en los estudios del proceso de adsorción, en donde se discutió la influencia del tamaño de los poros y la cantidad de sitios activos, confirmando que aunque en el CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza la velocidad de adsorción se ve disminuida por los poros más pequeños, tiene una mayor capacidad de remoción de NM, en término de cantidad de colorante adsorbido por unidad de masa de CVR/N-TiO₂, como se observa en la [Tabla 17](#). En las siguientes secciones se presentan los análisis de producción de hidroxilos y las pruebas de desorción que convalidan la presencia de la degradación mediante fotocatalisis.

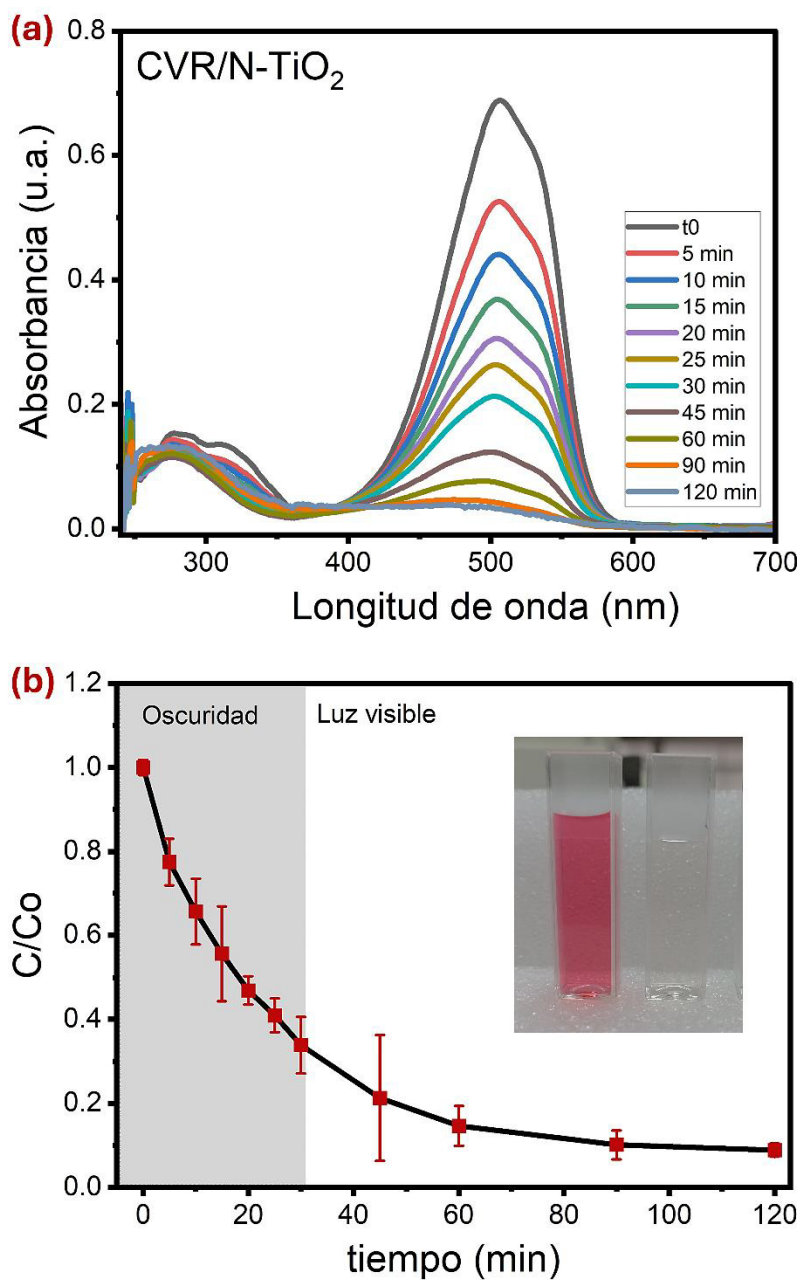
Tabla 17

Comparación de la eficiencia y capacidad de degradación de NM a través de las espumas blanco CVR/N-TiO₂ y los CVR/N-TiO₂ sintetizados a partir de Pseudotallo de banano y resina de melaza.

Material	Eficiencia	Capacidad de Remoción
	NM: 25 mL (5mg/L)	NM: 25 mL (5mg/L)
CVR/N-TiO ₂ (Pseudotallo y melaza)	$\sim 91.16\%$	$\sim 1.41\text{ mg/g}$
CVR/N-TiO ₂ (Poliuretano y azúcar)	$\sim 95\%$	$\sim 0.58\text{ mg/g}$

Figura 73

Degradación fotocatalítica de NM mediante de CVR/N-TiO₂. (a) Espectro de absorbancia; (b) Curva de cinética de adsorción.



3.7.2 *Análisis de Producción de Radicales Hidroxilos*

Partiendo de que en los CVR/N-TiO₂ la adsorción es el principal mecanismo para la degradación del NM, se realizaron ensayos de producción de radicales hidroxilos ($\bullet$ OH) con el fin de ratificar la naturaleza fotocatalítica de las espumas de CVR/N-TiO₂ sintetizadas a partir de pseudotallo de banano y melaza. Las pruebas de seguimiento de producción de $\bullet$ OH se ejecutaron por el método de ácido tereftálico (AT) para formar ácido 2-hidroxitereftálico (ATOH), teniendo en cuenta que la formación de ATOH (en medio acuoso) se produce solo en presencia de radicales $\bullet$ OH, que se unen a la cadena del AT.

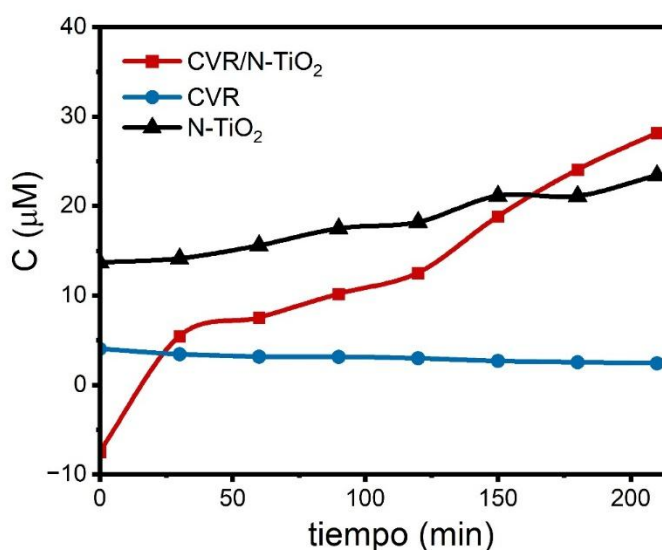
La medición se llevó a cabo por espectrofotometría UV-Vis, registrándose el cambio de concentración de ATOH cada 30 min, las mediciones se realizaron sobre los 312 nm, siendo esta señal donde se ubica la presencia de ATOH (Jaramillo-Gutiérrez et al., 2020). En la [Figura 74](#) se presentan los resultados de los análisis de producción de $\bullet$ OH realizados al CVR, CVR/N-TiO₂ y a la probeta de vidrio recubierta con N-TiO₂, bajo irradiación de luz visible, lo anterior siguiendo la metodología de las espumas blanco.

De acuerdo con los resultados se confirmó que el CVR/N-TiO₂ sumergido en solución de AT bajo irradiación de luz visible, promovió la reacción de AT a ATOH, este resultado incluso superó la formación de ATOH obtenida por la lámina de vidrio recubierta con N-TiO₂ (sin soporte del CVR), lo cual sugiere un efecto adicional de los CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza, que está relacionado con la presencia de grupos oxigenados ($-\text{COOH}$ y C=O) del CVR, lo cual optimiza la producción de $\bullet$ OH frente al N-TiO₂ puro, mediante procesos como: mayor densidad de sitios activos para la adsorción/degradación, estabilización de intermediarios redox, sinergia en la separación de cargas y transporte electrónico de los portadores de carga (Hosseini-Monfared et al., 2021). Por el contrario, la presencia del CVR en la solución de AT no favorece la producción de

ATOH denotando ausencia de radicales $\bullet\text{OH}$. Lo anterior confirma que el recubrimiento de N-TiO_2 es decisivo en el proceso fotocatalítico al ser esta superficie la que promueve la formación de radicales $\bullet\text{OH}$.

Figura 74

Formación de ATOH a partir de AT, promovida por la presencia de radicales hidroxilo en CVR, CVR/N-TiO₂ y N-TiO₂.



Los resultados obtenidos coinciden frente a las espumas blanco en cuanto a la evidente producción de hidroxilos en presencia de los CVR/N-TiO₂, mientras que en los CVR no hay reacción; sin embargo, se diferencian en la cantidad de hidroxilos producidos, ya que el CVR/N-TiO₂ (a partir de pseudotallo) superó en dicha producción al N-TiO₂ (soportado en vidrio); este aspecto no ocurrió con las espumas blanco, evidenciándose que la presencia de grupos funcionales adicionales (dados por la plantilla de pseudotallo y la resina de melaza) junto con el aumento del área específica y electroquímicamente activa (como se evidenció en los resultados BET y ECSA), pueden mejorar la capacidad de las espumas en la descontaminación de soluciones acuosas.

3.7.3 Análisis de Mecanismos en el Proceso de Adsorción-fotocatálisis

Tal como se ha demostrado en diversas investigaciones (Guo et al., 2019; Nosaka & Nosaka, 2017; Peiris et al., 2021), los mecanismos de adsorción-fotocatálisis dependen en gran medida de las especies de oxígeno reactivas (ROS, por sus siglas en inglés), una de esas especies son los radicales hidroxilo; argumento que coincide con los análisis de fotodegradación realizados a los CVR/N-TiO₂. De acuerdo con los autores, los mecanismos de reacción indirecta ocurren en varias etapas: Adsorción, activación, propagación, descomposición y terminación (Jaramillo Gutiérrez, 2019).

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos en los análisis electroquímicos (VC y OCP), la capacidad de adsorción-fotocatálisis, la producción de hidroxilos y la caracterización morfológica de las espumas CVR/N-TiO₂, se confirmó que el recubrimiento de N-TiO₂ es el responsable de las reacciones fotocatalíticas para la degradación del NM, por lo tanto, las reacciones propuestas para la espumas obtenidas a partir de pseudotallo de banano y melaza coinciden en gran medida con las espumas blanco, las reacciones se presentan en la [Tabla 18](#).

Tabla 18

Reacciones para un mecanismo indirecto de adsorción-fotocatálisis en la remoción de NM mediante espumas CVR/N-TiO₂.

Proceso	Reacciones de Adsorción en Oscuridad	Ecuación
Adsorción	$\text{CVR/N-TiO}_2 + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{CVR/N-TiO}_2 + \text{H}_2\text{O}_{\text{ads}}$	(13)
	$\text{CVR/N-TiO}_2 + \text{H}_2\text{O}_{\text{ads}} \xrightleftharpoons{\text{O}_2} \equiv\text{Ti-OH}_2^+ + \text{OH}^-$	(14)
	$\text{NM}_{\text{aq}} + \equiv\text{Ti-OH}_2^+ \rightarrow \text{NM}_{\text{ads}}$	(15)
	$\equiv\text{Ti-OH}_2^+ + \text{OH}^- \leftrightarrow \equiv\text{Ti-OH} + \text{H}_2\text{O}$	(16)
	Reacciones Bajo Iluminación	Ecuación
Adsorción de residuales	$\text{CVR/N-TiO}_2 + \text{P}_r \rightarrow \text{P}_{r\text{ ads}}$	(17)
Activación (Irradiación de luz visible)	$\text{N-TiO}_2 + h\nu \rightarrow \text{N-TiO}_2 (\text{e}^-/h^+)$ $h_{\text{b}}^+ \rightarrow h_{\text{s}}^+$	(18)
Proceso	Generación de radicales hidroxilos	Ecuación
Propagación de Radicales Hidroxilo	$\text{OH}^- + h^+ \rightarrow \bullet\text{OH}$	(19)
	$\text{H}_2\text{O} + h^+ \rightarrow \bullet\text{OH} + \text{H}^+$	
Proceso	Degradación del NM	Ecuación
Ataque de Hidroxilos	$\text{NM}_{\text{ads}} + \bullet\text{OH} + h_{\text{s}}^+ \rightarrow \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{subproductos}$	(20)

La [Ecuación 13](#) representa el balance en la adsorción de la solución acuosa en la superficie del CVR/N-TiO₂ favorecida por la agitación magnética, la hidrofiliidad de las espumas fue demostrada con los análisis de ángulo de contacto, en donde se hizo evidente la rápida adsorción de agua y de soluciones de NM en la superficie de los CVR/N-TiO₂; la [Ecuación 14](#) representa el balance de la interacción del CVR/N-TiO₂ con la solución acuosa adsorbida por el material, en presencia del burbujeo de aire, el burbujeo interviene como fuente de O₂ que no se reduce pero sí puede polarizar la interfaz material-solución facilitando la liberación de grupos OH⁻ presentes en la

superficie del CVR/N-TiO₂ (Jeong et al., 2025); la presencia del grupo Ti-O se evidenció en los análisis XPS (CVR/N-TiO₂), este grupo en presencia de la solución acuosa promueve la formación de grupos Ti-OH, lo cual valida la reacción de la [Ecuación 14](#) (Jaramillo Gutiérrez, 2019).

La adsorción del NM ([Ecuación 15](#)) ocurre gracias a que el grupo sulfonato ($-\text{SO}_3^-$) que le da al colorante su carácter aniónico, se adsorbe en el CVR/N-TiO₂ por los sitios positivos del $\equiv\text{Ti-OH}_2^+$ (Mohammad et al., 2019). El análisis de titulación potencioestática y los resultados de potencial zeta evidenciaron que los CVR/N-TiO₂ tiene mayor adsorción en medios donde la ionización está presente y el CVR/N-TiO₂ tiene carga positiva en medios ácidos, debido a su punto isoeléctrico (6.8), por esta razón se favorece la atracción electrostática entre la superficie del material y el NM.

Por último, el proceso de adsorción se compensa en el balance de regeneración de sitios activos ([Ecuación 16](#)), que es una reacción reversible que ocurre en la superficie de materiales semiconductores como el TiO₂ (Špadina et al., 2018).

Las reacciones bajo irradiación de luz parten de la adsorción de residuales ([Ecuación 17](#)), que pueden ser productos hidrolizados derivados de la adsorción o NM sin adsorber; la [Ecuación 18](#) representa la activación del proceso fotocatalítico mediante la adsorción de energía fotónica y la generación de los pares electrón-hueco. Posteriormente, ocurre la generación de radicales hidroxilo ($\bullet\text{OH}$) que inicia cuando los huecos fotogenerados (h^+) en la banda de valencia del N-TiO₂ oxidan los iones hidroxilo (OH^-) o el agua, dando lugar a los $\bullet\text{OH}$ ([Ecuación 19](#)). Por último, ocurre el ataque de los $\bullet\text{OH}$ ([Ecuación 20](#)), que da lugar a la degradación del NM (Jaramillo Gutiérrez, 2019; Mo'men et al., 2024).

Así las cosas, el proceso de degradación fotocatalítica en el CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza, ocurre siguiendo las mismas reacciones que en las espumas blanco, teniendo en cuenta que el recubrimiento del N-TiO₂ fue sintetizado y soportado en el CVR bajo la

misma metodología. Adicionalmente, de acuerdo con los resultados de OCP y producción de hidroxilos las respuestas fotocatalíticas de las espumas ocurrieron únicamente en presencia del recubrimiento. Por tal motivo, se consideró el mecanismo de degradación indirecta bajo los mismos procesos.

3.8 Análisis del Reúso de los CVR y CVR/N-TiO₂

Con el fin de verificar la capacidad de reúso de los CVR y CVR/N-TiO₂ se realizaron pruebas de adsorción/desorción simultáneas en los CVR y en los CVR/N-TiO₂; para ello se siguió la metodología empleada en el estudio de reúso de las espumas blanco.

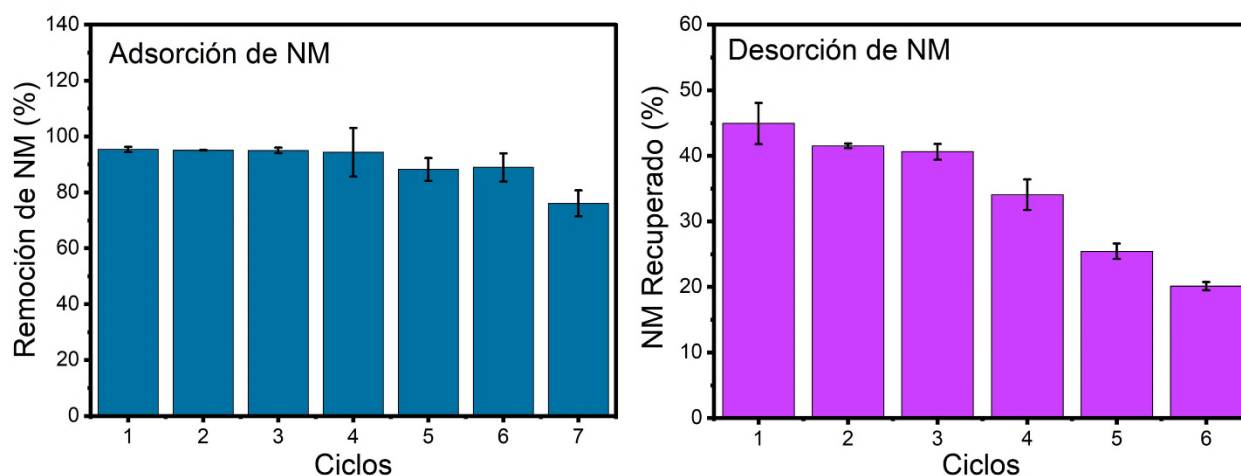
Los ciclos de reúso del CVR se muestran en la [Figura 75](#), en donde se observa que las espumas fueron sometidas a siete ciclos de adsorción con una capacidad de remoción superior al 95% hasta el cuarto ciclo, para el quinto y sexto ciclo fue superior al 90% y para el séptimo ciclo la remoción fue superior al 80%. La desorción se midió en seis ciclos, con una capacidad de recuperación del colorante superior al 40% hasta el cuarto ciclo y cercana al 20% en el sexto ciclo. Los resultados muestran que la capacidad de remoción de los CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza supera en más del 30% al CVR de poliuretano y azúcar en cuanto a la remoción de NM hasta el séptimo ciclo.

Los resultados obtenidos coinciden con otros autores, tanto en la capacidad de adsorción hasta el cuarto ciclo como en la capacidad de desorción por etanol, por ejemplo, Mortada et al. (2024) sintetizó biocarbones con una capacidad de adsorción de hasta el 90.2 % en el cuarto ciclo de reúso, para el quinto ciclo la capacidad disminuyó al 74.4%; por su parte la desorción con etanol llegó a un máximo del 52.1%. Por su parte, Zhang et al. (2023) reportaron una investigación del uso de residuos de manzana en la síntesis de biocarbones para la adsorción de NM, en su trabajo se

describen seis ciclos de reúso, en los cuales para el tercer ciclo ya había perdido el 17% de su capacidad de remoción y para el sexto ciclo la capacidad se redujo en un 31%.

Figura 75

Ciclos de adsorción y desorción de NM a través de CVR obtenido a partir de pseudotallo de banano y melaza.



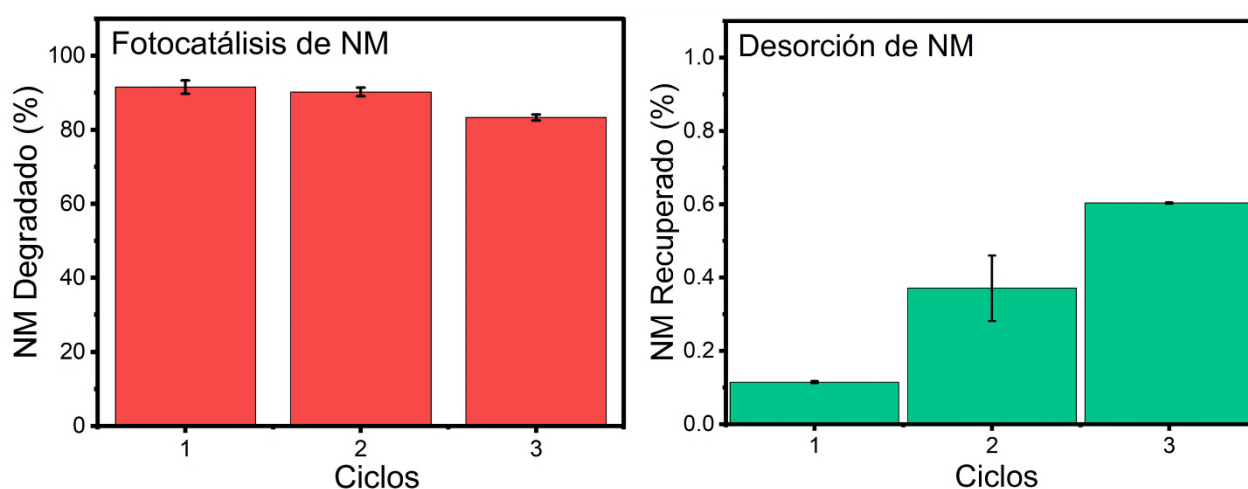
Los resultados del reúso del CVR/N-TiO₂ en los procesos de fotocatalisis-desorción (durante tres ciclos) se presentan en la [Figura 76](#), de acuerdo con los resultados la capacidad de degradación fue superior al 90% hasta el segundo ciclo y superior al 80% en el tercer ciclo. Estos resultados son similares a las espumas blanco de CVR/N-TiO₂ confirmándose que el recubrimiento tiene el mismo efecto en los soportes sin importar los precursores de los CVR.

Respecto a la desorción hubo un aumento del NM recuperado (o desorbido) conforme transcurrían los ciclos, lo cual se relaciona con la retención del colorante en los poros más pequeños del material, debido a que el gran tamaño de la molécula de NM reduce su velocidad de difusión (Rangu et al., 2025), llevando esto a la acumulación del NM no degradado en el interior de los poros, tales moléculas del colorante se liberan durante las etapas de desorción. Aun así, cabe destacar que

la cantidad máxima de NM desorbida en el CVR/N-TiO₂ a partir de pseudotallo de banano y melaza fue de tan solo 0.6%, esto es 4 veces menor que en la espuma blanco (~2.5 %). Lo cual ratifica que la cooperación de los grupos oxigenados (–COOH y C=O) del CVR, influyen en el N-TiO₂, mejorando el proceso fotocatalítico (Hosseini-Monfared et al., 2021).

Figura 76

Ciclos de degradación fotocatalítica y desorción de NM a través de CVR/N-TiO₂



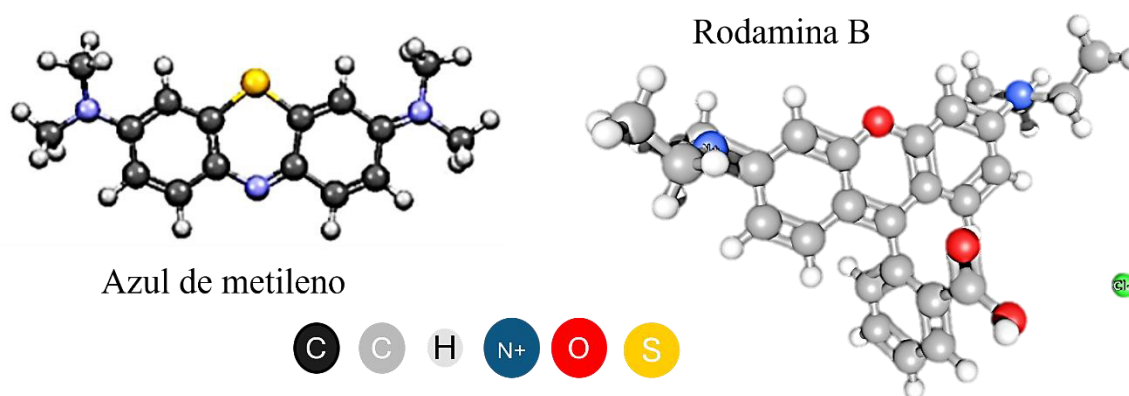
3.8.1 Análisis de Remoción de Azul de Metileno y Rodamina

Con base en los resultados de adsorción y ciclos de reúso, los CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza, demostraron una capacidad superior en la remoción NM respecto a los resultados de los CVR de poliuretano y azúcar (espumas de control), lo que evidenció un avance significativo en el tratamiento de aguas sintéticas mediante las espumas (a partir de pseudotallo de banano y melaza) propuestas en este proyecto; por lo anterior, se realizaron pruebas de adsorción con colorantes diferentes al NM, con el propósito de validar la capacidad del CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza para remover diversos colorantes presentes en las aguas residuales de la industria textil.

Los colorantes escogidos fueron el azul de metileno (AM) y la Rodamina B (RD), dos colorantes utilizados en la industria textil, la escogencia de estos colorantes se basó en la diferencia iónica con el NM. El AM es un colorante catiónico (Bazargan et al., 2025) y la rodamina B es un colorante fluorescente cuyo estado iónico depende del pH del medio (Xiao et al., 2020), mientras que el NM es un colorante aniónico. En la [Figura 77](#) se presenta un esquema de las moléculas del AM y la RD. Las características iónicas del AM y la RD representaron un reto adicional para las espumas de CVR teniendo en cuenta su punto isoelectrico y la presencia de grupos carboxílicos que podrían interferir en el proceso de adsorción. Los análisis se realizaron en soluciones acuosas con una concentración de 5mg/L a pH 2.5, el volumen de las pruebas fue 25 mL, la metodología fue la misma que se utilizó para las pruebas de adsorción del NM.

Figura 77

Representación gráfica de las moléculas de los colorantes Azul de metileno y Rodamina B.



Los resultados de la remoción de AM se presentan en la [Figura 78](#), de acuerdo con lo observado, la eficiencia de remoción fue del 70.6 %, este resultado supera lo esperado considerando que el punto isoelectrico del CVR es de 5.9, por lo tanto, en medios ácidos ($\text{pH} < \text{pI}$) la superficie del CVR adquiere carga positiva. Dado que el AM es un colorante catiónico, teóricamente era de

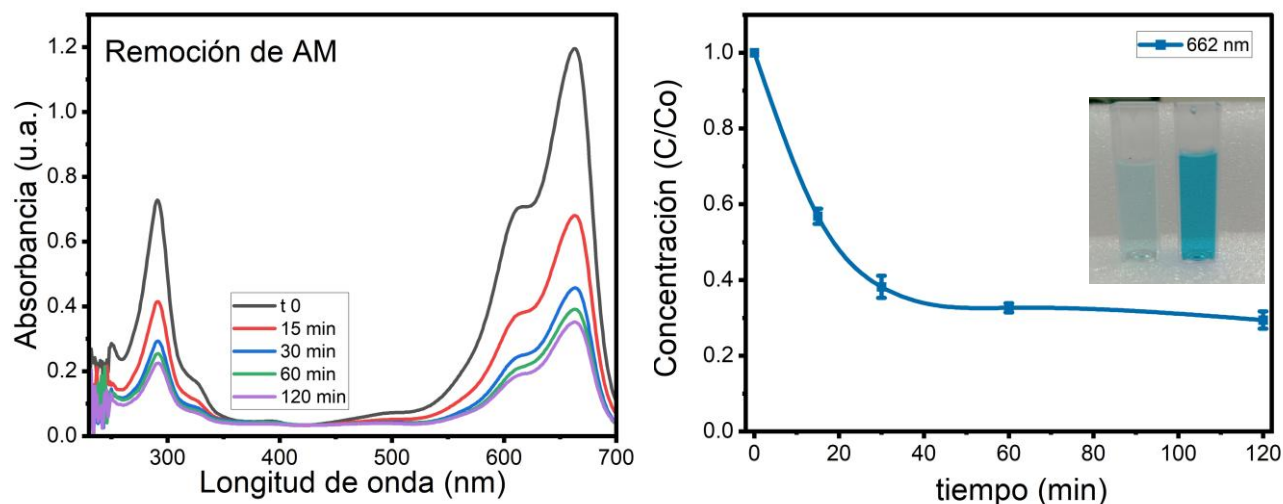
esperarse que predominaran fuerzas de repulsión electrostática que dificultarían el proceso de adsorción.

Autores como Das, et al. (2023) en sus investigaciones de adsorción de AM a través de biocarbones derivados de pseudotallo de banano, reportaron resultados en rangos de pH entre 2-9 con eficiencias que no superaron el 70%, siendo menores al 50% a pH entre 2-3. Por su parte, Chen, et al. (2024) resaltaron que los biocarbones contiene grupos funcionales como -OH y -COOH, que influyen en la carga del material a diferentes valores de pH, compensando las interacciones electrostáticas entre los carbones y el colorante, al aumentar o disminuir el grado de desprotonación de los grupos funcionales de la superficie del biocarbón. Adicionalmente, los autores describieron que la difusión por poros tiene un efecto decisivo en la eficiencia de la adsorción del AM.

Haciendo alusión a los resultados obtenidos en la titulación potencioestática y en las mediciones de cambio de pH espontáneo, el CVR a partir de pseudotallo de banano y melaza tiene la capacidad de aumentar el pH de las soluciones ácidas, además, al aumentar el pH ($\text{pH} > \text{pI}$) el CVR se carga negativamente, esto pudo contribuir a disminuir la repulsión electrostática; no obstante, es importante destacar que el tamaño de la molécula de AM es de $14.2 \times 5.82 \times 1.78 \text{ \AA}^3$ (Bazargan et al., 2025) influyendo en la velocidad de difusión del colorante por poros con tamaños menores a los 10 nm, lo anterior podría explicar la adsorción del 70.6%.

Figura 78

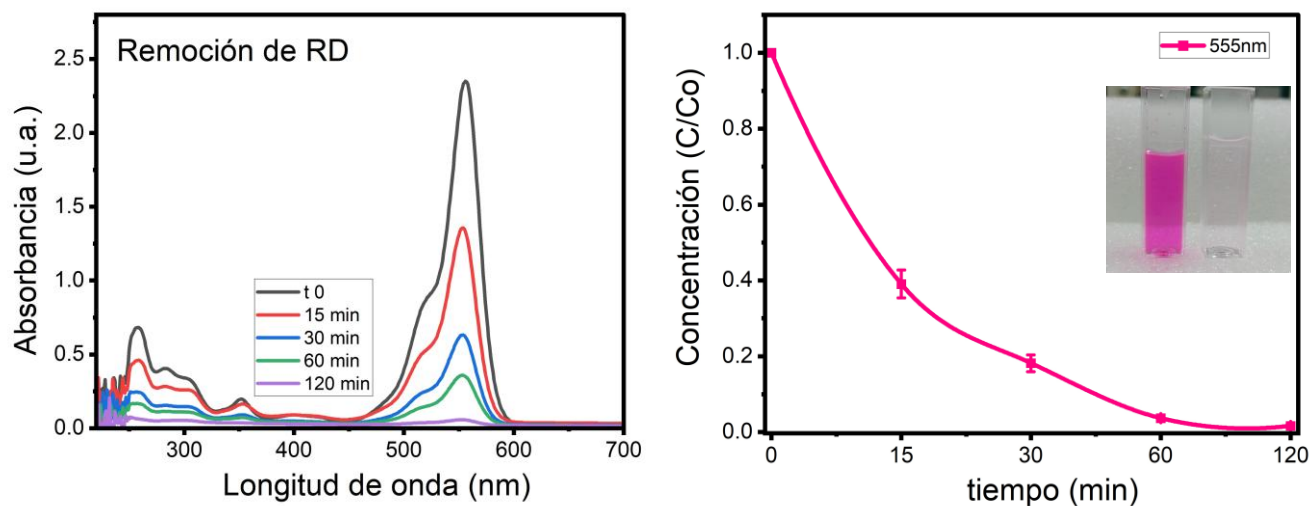
Remoción de AM a través de CVR. A la izquierda espectro de absorbancia, a la derecha remoción a través del tiempo.



Los resultados de la remoción de RD se presentan en la [Figura 79](#), donde el CVR exhibió una capacidad de remoción del 98.3%, esto es atribuible a la atracción electrostática entre la superficie del CVR y las moléculas de la RD, dado que la rodamina existe como zwitteriones (moléculas con cargas positivas y negativas en la misma estructura), cuando la solución tiene un pH >3 ocurre la desprotonación de su grupo carboxílico ($-\text{COOH}^-$) de la RD y esta adquiere su carga zwitteriónica neutralizando el grupo terciario de nitrógeno (N^+) (Xiao et al., 2020; Xue et al., 2022); por lo tanto, para que en soluciones ácidas con $\text{pH} < 3$ ocurra la atracción electrostática de la RD hacia la superficie del CVR, debe producirse un aumento del pH, lo cual ocurre debido a la presencia del CaCO_3 presente en el CVR, este aumento del pH ($\text{pH} > 3$) promueve el estado zwitteriónico de la RD facilitando su adsorción. Los resultados obtenidos en la adsorción de colorantes como el NM, AM y RD mediante las espumas sintetizadas a partir de pseudotallo y banano son comparables a otras investigaciones con materiales y colorantes relacionados, como se presenta en la [Tabla 19](#).

Figura 79

Remoción de Rodamina B a través de CVR. A la izquierda espectro de absorbancia, a la derecha remoción a través del tiempo.

**Tabla 19**

Comparación de eficiencias de adsorción en materiales relacionados con esta investigación.

Material	Estructura	Contaminante	Remoción y condiciones	Referencia
Carbón (Cáscaras de Cacahuete y Residuos de papel)	Polvo	Naranja de Metilo (NM)	NM (500 mg/L en 25 mL, pH 7, 50 mg de CA, t=120 min. Remoción = 86.36%)	(Zhao et al., 2024)
CA (Flores)	Polvo	NM	NM (0.100 mM, pH 3, 1000 mg/L de CA, t=120 min. Remoción = 93.3%)	(Tran et al., 2024)
Biocarbón (Verbena y bentonita)	Polvo	NM	NM (50 mg/L en 25 mL, pH 6.25, 25 mg de C, t=6 h. Remoción = 5 mg/g)	(Et-Tanteney et al., 2024)
Biocarbón (Pulpa y papel)	Polvo	NM	NM (50mg/L en 20 mL, 50 mg de C, pH 8, t= 90 min. Remoción >97 %)	(Chaukura et al., 2017)

Biocarbón/BIOX	Polvo	NM	NM (0.03 mM en 50 mL, 50 mg de C, t= 150 min. Remoción = 82 %)	(Li et al., 2016)
Carbón Pirolizado de neumáticos (TPC)	Polvo	NM y Azul de metileno (AM)	NM (30 mg/L en 40 mL, pH 3 t= 60 min, 250 mg de carbón. Remoción= 94%). AM (86 mg/L en 40 mL, pH 3 t= 60 min, 250 mg de carbón. Remoción = 94%)	(Rangu et al., 2025)
Biocarbón (Cáscara de coco)	Polvo	NM, AM	NM (20 mg/L en 20 mL, PH 7, t= 50 min, 150 mg de CA. Remoción=100mg/g). NM (20 mg/L en 20 mL, PH 7, t= 50 min, 150 mg de CA. Remoción = 38 mg/g)	(Bazargan et al., 2025)
CA (Pseudotallo de banano)	Polvo	AM	AM (50 mg/L en 100 mL, 40 mg de C, pH 7, t= 90 min. Remoción = 99 %)	(Misran et al., 2022)
CA (Residuos de Madera)	Polvo	AM	AM (4 mg/L en 50 mL, 500 mg de C, t=255 min. Remoción = 85%)	(Kaith et al., 2015)
CA (Pseudotallo de banano)	Polvo	AM y Fucsina Básica (FB)	AM y FB (10 mg/L, 2g/l de C, pH 7, t= 150 min. Remoción >95 %).	(Das et al., 2023)
Biocarbón (Lodo de depuradora)	Polvo	Rodamina (RD)	RD (15 mg/L en 20 mL, 20 mg de C, PH 4.74, t= 360 min. Remoción >99%)	(Mayilswamy et al., 2025)
Biocarbón (Cáscara de coco)	Polvo	RD	RD (250 mg/L en 100 mL, 2000 mg de C, pH 2, t= 120 min. Remoción = 96 %)	(Kapoor et al., 2024)
CA (azúcar refinada)	Polvo	RD	RD (50 mg/L en 100 mL, 80 mg de C, pH 7, t= 16 min. Remoción = 98 %)	(Xiao et al., 2020)

CA (Pseudotallo de banano)	Polvo	Remazole Red (RGB)	RGB (2 g/L, 500 mg/l de C, pH 4, t= 60 min. Remoción= 87 %)	(Arun Kumar et al., 2022)
CVR (resina de azúcar de mesa)	3D	NM	NM (5 mg/L en 25 mL, 220 mg de C, pH 2.5, t= 30 min. Remoción >95 %)	(Díaz-Cañas et al., 2024)
CVR (pseudotallo de banano resina de melaza)	3D	NM, AM, RD	NM y RD (5 mg/L en 25 mL, 75 mg de C, pH 1.5, t= 60 min. Remoción >95 %). AM (5 mg/L en 25 mL, 75 mg de C, pH 1.5, t= 60 min. Remoción >70 %)	Esta investigación

La remoción de NM, AM y RD mediante los CVR demuestra que fue exitosa la síntesis de espumas mediante la sustitución de la plantilla de poliuretano por plantillas de pseudotallo de banano y de la resina de azúcar refinada por resina de melaza, se comprobó que estas espumas poseen capacidades de remoción de colorantes aniónicos y catiónicos, lo cual supera el alcance de las espumas blanco. Teniendo en cuenta estos hechos, se escala la capacidad de las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ a la remoción de colorantes en agua reales de la industria textil, como se presenta en la siguiente sección.

3.9 Análisis de Remoción de Contaminantes en Aguas Residuales de la Industria Textil

Partiendo del hecho de que los CVR y CVR/N-TiO₂ sintetizados con pseudotallo de banano y melaza superaron las capacidades de remoción y degradación de las espumas de control (poliuretano y azúcar), se realizaron ensayos de remoción de colorantes con aguas residuales, tomadas directamente del proceso de tinturación de una empresa textil. Para llevar a cabo las pruebas se solicitó a la empresa AREAGUA de Curití-Santander, el permiso para estar presente en el proceso de tinturación de fibras de fique y extraer muestras de sus aguas residuales.

La empresa AREAGUA es una empresa familiar que realiza tejidos artesanales tipo exportación, su fundadora María Patrocinio, fue ganadora de la Medalla a la Maestría Artesanal en el 2015 en la categoría de Maestra Artesana. Esta empresa está en alianza con Artesanías de Colombia, hecho que ha impulsado sus productos a países como Bélgica y España, adicionalmente, ha participado en diferentes eventos como Expo Artesanías y Seven Santander Fashion Industry (Artesanías de Colombia, 2021). Su producción utiliza colorantes industriales, mordientes, surfactantes, ácido acético, sal y estabilizantes de color, como se muestra en la [Figura 80](#) y la [Tabla 20](#).

Figura 80

Esquema de curva de tinturación de fibras fique.

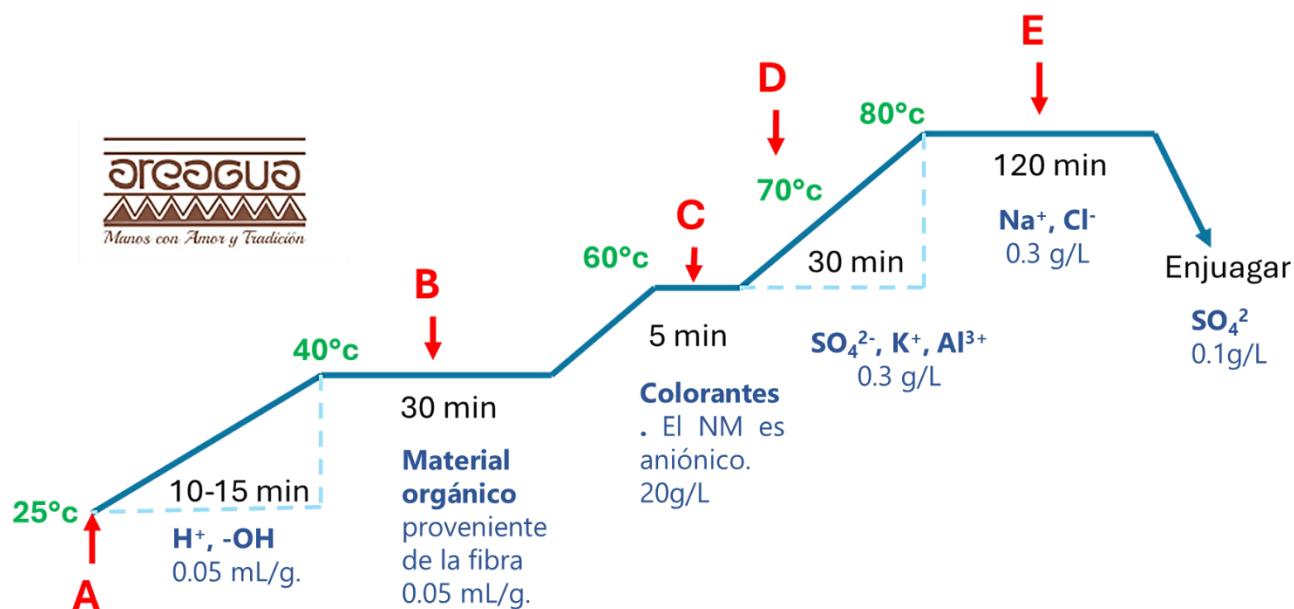


Tabla 20*Especies y compuestos químicos presentes en la tinturación de Figue.*

etapa	Descripción	Aditivo	Funciones	Liberación en la solución	Concentración
A	Preparación de la Fibra	Agua y ácido acético (CH ₃ COOH) al 10%	Precalentar y preparar la fibra para la impregnación del color. El precalentamiento abre la estructura capilar de las fibras y el ácido contribuye a favorecer las interacciones electrostáticas entre el colorante y la fibra.	H ⁺ , -OH	Agua: 4 veces el peso de la fibra. Ácido acético: 0.05 mL/g.
B	sostenimiento	No hay aditivos	Permitir la interacción de la fibra con la solución para una buena impregnación de color. En este tiempo hay agitación constante.	H ⁺ , material orgánico proveniente de la fibra.	Agua: 4 veces el peso de la fibra. Ácido acético: 0.05 mL/g.
C	Adición del colorante	Colorante	Impregnar la fibra de color. Esta etapa la agitación se mantiene constante para favorecer la tinturación homogénea de las fibras.	Colorantes directos, reactivos, iónicos, etc. El NM es aniónico.	20g/L para el caso del color naranja.

D	Adición del mordiente	Alumbre ($\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$)	Uniformidad del color. Su acción distribuye el color de forma homogénea dentro de la fibra.	SO_4^{2-} , K^+ , Al^{3+}	0.3 g/L
E	Fijación de Color	Sal (NaCl)	Su acción sella los capilares evitando la desorción del colorante y reteniéndolo dentro de la fibra.	Na^+ , Cl^-	0.3 g/L
	Enjuague	Surfactante (Lauril sulfato)	Eliminación de residuos por medio de encapsulamiento y precipitación.	SO_4^{2-}	0.1 g/L

No obstante, hasta ahora AREAGUA no cuenta con propuestas de tratamientos para las aguas residuales de su producción. Por tal motivo, y en el marco de proyección social de este proyecto, se realizaron ensayos a muestras de las aguas post-tinturación, estas aguas fueron llevadas al laboratorio GIMAT y se trataron con las espumas de CVR y CVR/N- TiO_2 con el objetivo de medir su capacidad de adsorción-fotocatálisis en matrices compuestas, sin tratamientos previos. Posteriormente, se realizaron ensayos de Carbono Orgánico Total (COT), remoción de sulfatos y cloruros, con el fin de determinar su potencial descontaminante.

Los espectros y las curvas de cinética de adsorción y adsorción-fotocatálisis se presentan en la [Figura 81](#), en donde se puede observar la prevalencia de un pico máximo a los ~ 260 nm que corresponden a señales de turbidez, provocadas por los componentes del agua residual (Wang et al., 2023); para el caso de AREAGUA, la turbidez se debe principalmente a residuos orgánicos del fique

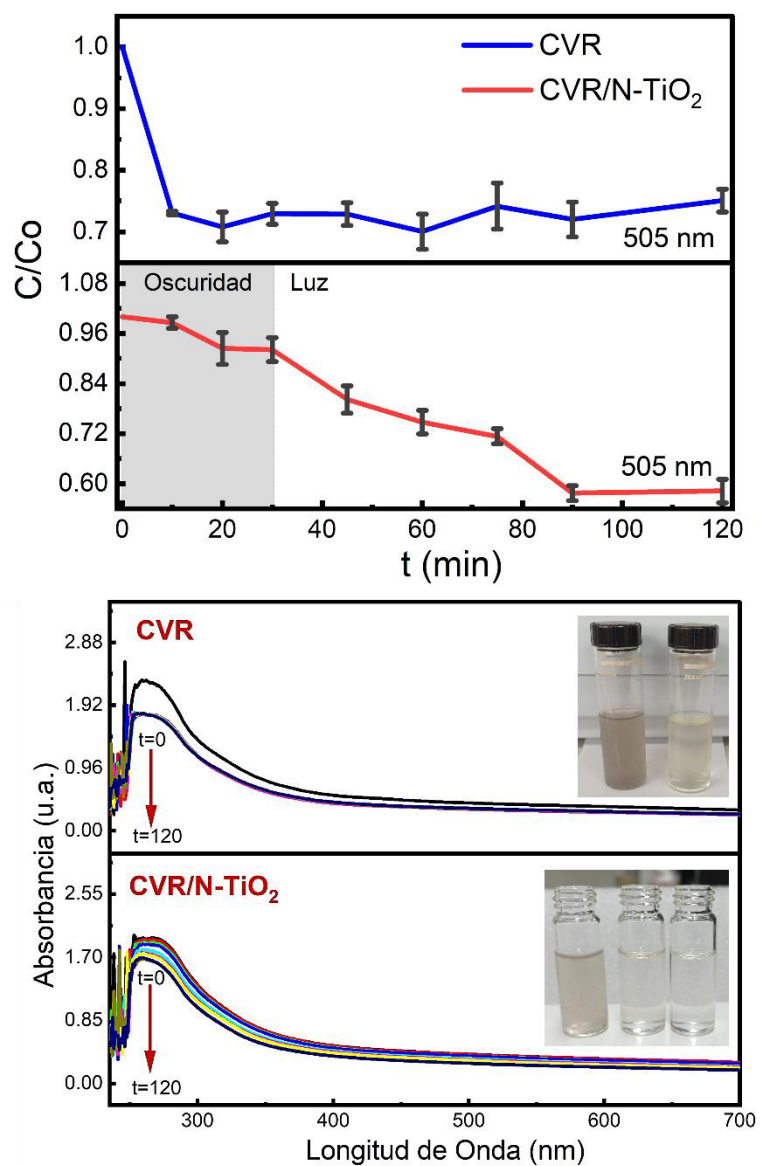
y los surfactantes que son utilizados para preparar las fibras textiles en el proceso de tinturación. Con base en lo anterior, se realizó el análisis de absorbancia a los 505 nm que corresponden a las señales de NM en medio ácido.

La remoción del colorante a través del CVR fue del 30%; mientras que la remoción a través del CVR/N-TiO₂ (proceso de adsorción-fotocatálisis) alcanzó un 45%. Los resultados significaron un reto, teniendo en cuenta que el agua residual no tuvo tratamientos previos, fuera de la filtración de material orgánico (partes de fique y acumulación de surfactantes) que se realizó debido a que la absorbancia UV está vinculada al peso molecular de los compuestos orgánicos, por lo tanto, las partículas suspendidas repercuten en la obtención de los espectros, causado desplazamientos y ruido (Li et al., 2020).

Otro aspecto que intervino en la capacidad de remoción del colorante fue los tamaños de partícula, si bien el NM ya presenta tamaños de partícula que pueden disminuir la velocidad de adsorción, los surfactantes suelen unirse a moléculas orgánicas formando micelas con tamaños de partícula que llegan a superar los 57 A² (Akpınar et al., 2025; Khan et al., 2017), estas micelas pueden obstruir los poros más pequeños bloqueando la difusión molecular. También las atracciones electrostáticas juegan un papel importante en la adsorción del colorante pues la presencia de otros compuestos puede competir por los sitios activos y las interacciones moleculares de atracción o repulsión, lo cual se evidenció con los análisis de remoción de sulfatos y cloruros.

Figura 81

Cinética de remoción (parte superior) y espectro de absorbancia (parte inferior) de aguas residuales reales de la industria textil, tratadas con CVR (adsorción) y CVR/N-TiO₂ (adsorción-fotocatálisis).



3.9.1 Análisis de Sulfatos, Cloruros y Carbono Orgánico Total

Los análisis de Carbono Orgánico Total - COT (Tabla 21), se realizaron a muestras de NM (5mg/L), soluciones finales de NM después de adsorción y las soluciones finales de NM después de procesos de adsorción-fotocatálisis. Así mismo, se realizaron análisis a las aguas reales de AREGUA sin tratar, las soluciones finales después de adsorción y las soluciones finales después de adsorción-fotocatálisis. De acuerdo con los resultados se pudo demostrar que las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ son aptas para disminuir el COT tanto en aguas sintéticas (más de 94%) como en aguas residuales (45.5% con el CVR y 24.4% con CVR/N-TiO₂).

Tabla 21

Comparación de carbono orgánico total (COT) en soluciones de NM y aguas residuales reales, antes y después de ser tratadas con espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ mediante procesos de adsorción y fotocatalálisis.

Carbono Orgánico Total - COT (mg C/L)	
Solución analizada	Resultado (mg C/L)
NM sin tratar (5mg/L)	212.5
Solución final de NM tratada con CVR	11.3
Solución final de NM tratada con CVR/N-TiO ₂	12.3
Agua Residual sin tratar	394
Solución final de agua residual tratada con CVR	200.5
Solución final de agua residual tratada con CVR/N-TiO ₂	298

De acuerdo con los estudios realizados por Jiang y Liu. (2023), a un biocarbón-TiO₂, los iones negativos como el Cl⁻ tienden a reaccionar fácilmente con las cargas positivas de la superficie del material mediante interacciones electrostáticas, esto a su vez conduce a la reducción de huecos

(h^+) debido a la reacción del Cl^- con h^+ dando lugar al $Cl^\bullet$, la reducción en la cantidad de h^+ repercute negativamente en las reacciones fotocatalíticas de la interfaz del NM y el N-TiO₂, ya que los h^+ son esenciales para procesos de oxidación directa del colorante o la producción de $\bullet OH$.

Otros autores relacionan la pérdida de capacidad fotocatalítica al consumo de radicales $\bullet OH$ por iones aniónicos, especialmente el Cl^- (Jaramillo-Gutiérrez et al., 2020; Niu & Hao, 2014). Las anteriores investigaciones dan respuesta a una mayor presencia de COT en las aguas residuales reales tratadas con el CVR/N-TiO₂ (21.1% más COT que en los CVR), teniendo en cuenta el uso de NaCl en el proceso de tinturación y su efecto en la formación de Cl^- residual. Sin embargo, el consumo de Cl^- es un aspecto positivo si se busca la eliminación de este contaminante en las aguas residuales, aspecto que se considera en el siguiente análisis de cloruros.

Los análisis de turbidez, sulfatos y cloruros se presentan en la [Tabla 22](#). Con los resultados se pudo evidenciar que las espumas lograron disminuir la turbidez, los sulfatos y los cloruros en las aguas residuales. Estos compuestos son sub-productos principales de los surfactantes y mordientes que se utilizan en la preparación de los textiles para facilitar la tinturación (Jiang et al., 2023). Por su parte, los cloruros suelen estar en la sal que es usada para la fijación de color en las fibras textiles (Niu & Hao, 2014).

Los resultados mostraron una disminución mayor al 92% de la turbidez, en aguas residuales sin filtrar mediante proceso de fotocatálisis (CVR/N-TiO₂); mientras que la adsorción (CVR) logró una disminución la turbidez en un 75%; esto denota una capacidad de remoción/degradación de compuestos que están relacionados con la turbidez (material orgánico, residuos de surfactantes, mordientes y sales). Lo anterior se confirma con la disminución de sulfatos que fue >74%; mientras que para la adsorción la remoción de sulfatos fue >45%. Respecto al agua filtrada los resultados fueron: Una reducción de la turbidez >80% mediante fotocatálisis y >36% mediante adsorción; la

remoción de sulfatos fue del 88% mediante fotocatálisis y del 35% mediante adsorción; por su parte, la remoción de cloruros fue >54% mediante adsorción y >52% mediante fotocatálisis.

Tabla 22

Comparación de la presencia de turbidez, sulfatos y cloruros en aguas residuales reales, antes y después de ser tratadas con espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ mediante procesos de adsorción y fotocatálisis.

Proceso	Solución Final de Agua sin Filtrar		Solución Final de Agua Filtrada		
	Turbidez (BTU)	sulfatos (mg/L)	Turbidez (BTU)	sulfatos (mg/L)	Cloruros** (mg/L)
Agua real*	240.95	40.42	49.65	34.06	21.55
Fotocatálisis	19.05	10.23	9.87	4.10	10.19
Adsorción	60.25	22.07	31.55	22.14	9.77

Nota: *El agua real se refiere a las muestras tomadas en la empresa AREAGUA que no han sido sometidas a tratamientos previos. **No fue posible realizar pruebas de cloruros en aguas sin filtrar debido a que se satura el equipo de medición, por lo tanto, por norma técnica los cloruros deben ser medidos en aguas filtradas.

Los resultados obtenidos concuerdan con diferentes autores que sostienen que la presencia de surfactantes disminuye la capacidad de adsorción y aumenta la eficiencia de fotocatálisis, el argumento se sostiene en que la irradiación de luz puede desintegrar e hidrolizar la capa externa del surfactante formando ácidos grasos, además una solución bajo condiciones ácidas puede promover la producción de grupos •OH en las micelas que forma el surfactante favoreciendo la capacidad de degradación fotocatalítica del NM adherido a ellas. Los surfactantes pueden competir con el NM por los sitios activos del material y esta competencia es directamente proporcional a la cantidad del

surfactante, reduciendo la capacidad de adsorción del colorante; sin embargo, los surfactantes pueden adherir moléculas de NM a su estructura (gracias a su cabeza hidrofílica) formando micelas, lo cual inhibe el movimiento del NM quedando expuesto a la degradación bajo irradiación de luz (Akpınar et al., 2025; Jiang et al., 2023; Niu & Hao, 2014).

Lo anterior coincide con los resultados obtenidos en el tratamiento de aguas residuales reales mediante CVR y CVR/N-TiO₂ respecto a la inhibición en la adsorción y aumento en la degradación de sulfatos derivados de los surfactantes. Así mismo, coincide la remoción de COT y cloruros principalmente por adsorción y en menor medida por fotocatálisis, debido a la reacción del Cl⁻ con los h^+ producidos por la irradiación de luz. Adicionalmente, los resultados obtenidos también se acoplan a la mayor degradación del colorante por fotocatálisis comparada con la adsorción. Con todo lo anterior, en esta fase exploratoria se corroboró el potencial que tienen las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ para descontaminar aguas con matrices complejas, queda el seguir examinando estos resultados en investigaciones posteriores, sumando otras metodologías de adsorción-fotocatálisis y otras técnicas de análisis como DRX, EDS, XPS, etc.

Conclusiones Parciales

Se desarrollaron con éxito espumas de carbón vítreo reticulado (CVR) a partir de dos residuos agroindustriales de fácil obtención y amplia disponibilidad, el pseudotallo de banano demostró una estructura reticular capaz de reemplazar las espumas de poliuretano, en su papel como plantilla de sacrificio, atribuyendo mayor diversidad de tamaños de poro y sitios activos respecto a los CVR sintetizados con poliuretano. Por su parte, la melaza demostró ser un extraordinario precursor de resina de sacarosa, disminuyendo los tiempos de polimerización de 48 a 40h bajo tratamiento térmico.

Se encontró que las características estructurales y fisicoquímicas de los CVR dependían de la composición vegetal del pseudotallo y los grupos funcionales presentes en la resina de sacarosa, los resultados de los análisis FTIR DRX y XPS demostraron la presencia de grupos oxigenados y carboxílicos que otorgaron características particulares a los CVR, como la neutralización de aguas contaminadas con colorantes, favoreciendo su capacidad de adsorber colorantes con diferentes estados de ionización. Lo cual fue demostrado mediante los análisis de titulación potencioestática, potencial zeta y cambio de pH espontáneo.

Por su parte, la modificación del CVR con N-TiO₂ (CVR/N-TiO₂) fue exitosa demostrando un recubrimiento uniforme y homogéneo que ingresa hasta los poros más pequeños de las espumas, se evidenció un comportamiento electroquímico y fotocatalítico similar a las espumas de control (CVR/N-TiO₂ a partir de poliuretano y azúcar refinada), corroborándose que la superficie del nuevo material es equivalente a su blanco de comparación sin importar el soporte de carbono; adicionalmente las espumas recubiertas no generan cambios de pH en soluciones ácidas, aspecto que sí ocurre con los CVR sin recubrir.

La capacidad de remoción de colorantes fue demostrada exhibiéndose remociones superiores al 95% de los colorantes NM y RD, por su parte se obtuvo una remoción del 70% de AM, lo cual es prominente teniendo en cuenta la diferencia iónica de los colorantes y la carga superficial de los CVR. Se encontró que el mecanismo de adsorción es principalmente fisisorción, en el que dominan las fuerzas electrostáticas de atracción, enlaces π - π^* y puentes de hidrógeno, sin descartar la fuerzas de Van der Waals y la presencia de quimisorción. Las espumas CVR y CVR/N-TiO₂ demostraron que pueden ser usadas en efluentes reales de la industria textil y que son capaces de soportar más de 6 ciclos de reuso manteniendo una capacidad de remoción-degradación superior al 70%.

Conclusiones Generales

Fue posible sintetizar espumas de CVR tridimensionales a partir de pseudotallo de banano y melaza de caña panelera a través del método de plantilla de sacrificio, dando como resultado un biocarbón con altas capacidades de adsorción no sólo en aguas sintéticas si no también en aguas reales de la industria textil, superando el 98% de adsorción de naranja de metilo, el 95% de rodamina y el 70% de azul de metileno, en oscuridad. Demostrando la gran versatilidad para remover diferentes colorantes sin importar si son aniónicos, catiónicos o zwitteriones. Estos biocarbones también demostraron su capacidad de reúso, siendo sometidos a siete ciclos consecutivos de adsorción-desorción, dando como resultado adsorciones superiores al 80% hasta el séptimo ciclo.

El mayor desafío en la síntesis de los CVR fue la obtención de la resina de sacarosa a partir de melaza panelera, dados los escasos reportes en la literatura sobre el uso de resina de melaza para la impregnación de plantillas 3D de residuos agroindustriales; sin embargo, el método de superficie de respuesta (RSM) junto con el diseño Box-Behnken (BBD) resultó altamente efectivo en predecir los valores óptimos para la obtención de la resina de sacarosa a partir de melaza, la predicción fue exitosa y se utilizó para sintetizar todas las espumas empleadas en este proyecto.

Los CVR fueron eficazmente modificadas con N-TiO₂ utilizando el método de recubrimiento por inmersión en sol-gel, dando como resultado espumas de CVR/N-TiO₂ con capacidades híbridas de adsorción-fotocatálisis superando el 90% de remoción de naranja de metilo (NM) y siendo capaz de disminuir la turbidez de las aguas reales y contaminantes como los sulfatos y cloruros. Se logró confirmar el efecto fotocatalítico de las espumas sometiéndolas a análisis electroquímicos, donde demostraron su activación ante la irradiación de luz visible; también se realizaron análisis de producción de hidroxilos y las desfavorables consecuencias de secuestrar dichos ROS (pues disminuyen drásticamente la capacidad de adsorción); por último se sometieron a ciclos de

adsorción-fotocatálisis y desorción, en donde se verificó que no hubo retención del NM por encima de un escaso 0.6% de la concentración inicial de dicho colorante.

Cada uno de los resultados obtenidos en las caracterizaciones y las remociones de naranja de metilo con los biocarbones descritos anteriormente, fueron comparados con las espumas de control (blanco de comparación), cuya síntesis se llevó a cabo a partir de esponjas de poliuretano y azúcar refinada, dados los estudios previos realizados en el grupo GIMAT. Las espumas de control fueron caracterizadas y analizadas con rigor para validar los posibles mecanismos de adsorción y fotocátalisis en la remoción de naranja de metilo, los resultados de dichos análisis revelaron mecanismos de fisisorción gobernados principalmente por interacciones electrostáticas de atracción entre los CVR/N-TiO₂ y el naranja de metilo.

Al comparar los resultados obtenidos en las espumas de control contra las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ obtenidas a partir de pseudotallo de banano y melaza, se encontró diferencias significativas dentro de las cuales se evidenció que, en estas últimas espumas mencionadas no solo gobierna el mecanismo de fisisorción (aunque es predominante) sino que también hay presencia de quimisorción debido principalmente a la presencia de CaCO₃ en la superficie de los biocarbones y grupos funcionales como el -COOH⁻ y C=O que participan en procesos de protonación y deprotonación dentro de las soluciones analizadas, estos grupos funcionales equilibraron las cargas químicas entre la superficie de los biocarbones y las soluciones tratadas y favorecieron la remoción efectiva los contaminantes.

Con todo lo anterior, se hace evidente que mediante este proyecto se ofrece una nueva alternativa de descontaminación de aguas, a través de la síntesis de biocarbones con aporte en el supraciclaje de los residuos agroindustriales de la industria de banano y panela, no solo de la región de Santander si no del país, pues estos cultivos son de orden nacional. Como si fuera poco, estos

biocarbones ofrecen un doble beneficio en la remoción de colorantes: Primero, tienen la capacidad de retener colorantes costosos (o de interés en recirculación del proceso de tinturación) para luego ser recuperados con un simple baño de etanol; segundo, tienen la capacidad de degradar bajo luz visible los colorantes que se deseen eliminar por completo. Adicionalmente, estos biocarbones tiene alta capacidad de reúso sin necesidad de tratamientos posteriores, fuera del baño en etanol y secado a 90° por 1h.

Como consideración final se sugiere continuar la investigación de estos biocarbones, escalando a la descontaminación de metales pesados o su posterior uso después de agotar sus capacidades descontaminantes, una alternativa podría ser el uso de los CVR como sustratos para cultivos, hay abundantes investigaciones sobre biocarbones utilizados para mejorar la fertilización de tierras de cultivo; sin embargo, queda la inquietud si esta opción sería posible incluso para los CVR recubiertos con N-TiO₂, ¿realmente el recubrimiento contribuiría como fertilizante o debe optarse por otro post-uso?

Referencias

- Abbas, A., Al-Amer, A. M., Laoui, T., Al-Marri, M., Nasser, M. S., Khraisheh, M., & Atieh, M. A. (2016). Heavy metal removal from aqueous solution by advanced carbon nanotubes: critical review of adsorption applications. *Separation and Purification Technology*, 141-161.
- Abdulnagimov, A., Akhmetov, A., & Antonov, V. (2022). Information-Measuring System of Liquid Viscosity by Stokes Method. *2022 International Conference on Industrial Engineering, Applications and Manufacturing (ICIEAM)* (págs. 953-958). Sochi, Russian Federation: IEEE.
- Abu-Nada, A., Abdala, A., & McKay, G. (2021). Removal of phenols and dyes from aqueous solutions using graphene and graphene composite adsorption: a review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, G05858.
- Abuzeid, H. R., EL-Mahdy, A. F., & Kuo, S. W. (2021). Covalent organic frameworks: Design principles, synthetic strategies, and diverse application. *Giant*, 100054.
- Agarwala, R., & Mulky, L. (2023). Adsorption of Dyes from Wastewater: A Comprehensive Review. *ChemBioEng Reviews*.
- Ahmed, M. B., Zhou, J. L., Ngo, H. H., Johir, M. A., Sun, L., Asadullah, M., & Belhai, D. (2018). Sorption of hydrophobic organic contaminants on functionalized biochar: Protagonist role of π - π electron-donor-acceptor interactions and hydrogen bonds. *Journal of hazardous materials*, 270-278.
- Akpınar, E., Okuyan, B., Reis, D., Uygur, N., & Neto, A. M. (2025). Investigation of the relation between surfactant head group size and formation of different types of lyotropic structures in two surfactants/dye systems. *Journal of Molecular Liquids*, 417, 126589.
- Al-Mamun, M. R., Kader, S., Islam, M. S., & Khan, M. Z. (2019). Photocatalytic activity improvement and application of UV-TiO₂ photocatalysis in textile wastewater treatment: A review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 103248.
- Al-Shehri, B. M., Al-Zahrani, F. A., El-Shishtawy, R. M., Awwad, N. S., Sayed, M. A., & Khan, K. A. (2023). Characterization of graphene oxide-ziziphus seeds and its application as a hazardous dye removal adsorbent. *Scientific Reports*, 1631.
- Althuri, A., Tiwari, O. N., Gowda, V. T., Moyong, M., & Venkata, S. (2020). Small/Medium scale textile processing industries: case study, sustainable interventions and remediation. *Indian Chemical Engineer*, 1-19.
- Alvarenga, A. D., Andre, R. D., Teodoro, K. B., Schneider, R., Mercante, L. A., & Correa, D. S. (2023). Nanofibrous filtering membranes modified with sucrose-derived carbonaceous materials for adsorption in batch and fixed bed. *Chemical Engineering Journal*, 451, 138557.
- Ananpattarachai, J., Kajitvichyanukul, P., & Seraphin, S. (2009). Visible light absorption ability and photocatalytic oxidation activity of various interstitial N-doped TiO₂ prepared from different nitrogen dopants. *Journal of hazardous materials*, 253-261.

- Annekathrin , M. H., Lozano, A., Ocampo, A., Moncada, D., & Lösing , L. (2024). *Ministerior de Agricultura y Desarrollo Rural*. Global Nature Fund.
- Arciniegas Castro, G. (2020). *Desarrollo de recubrimientos de N-TiO₂ sobre soportes 3D carbonosos para la purificación fotocatalítica de aguas*. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander.
- Arciniegas Castro, G. A. (2020). *Desarrollo de recubrimientos de N-TiO₂ sobre soportes 3D carbonosos para la purificación fotocatalítica de aguas*. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander - UIS.
- Artesanías de Colombia. (10 de Septiembre de 2021). *Artesanías de Colombia S.A - BIC*. [artesantiasdecolombia.com.co:
https://www.artesantiasdecolombia.com.co/PortalAC/Noticia/universo-fique_14872](https://www.artesantiasdecolombia.com.co/PortalAC/Noticia/universo-fique_14872)
- Arun Kumar, K., Bharath, M., & Krishna, B. M. (2022). Adsorption kinetics of reactive dye using agricultural waste: banana stem. *Water Practice & Technology*, 17(1), 128-138.
- Ashurov, N. S., Yugai, S. M., Shakhobutdinov, S. S., Kulumbetov, A. S., & Atakhanov, A. A. (2022). Physicochemical studies of the structure of chitosan and chitosan ascorbate nanoparticles. *Russian Chemical Bulletin*, 227-231.
- Asocaña. (2025). *Informe Anual Asocaña 2023-2024*. Sector Agroindustrial de la Caña - Asocaña.
- Atkins, P. W., De Paula, J., & Keeler, J. (2018). *Atkins' physical chemistry*. Oregon: Oxford university press.
- Aup-Ngoen, K. K., Noipitak, M., Sudchanham, J., Chiablam, C., Kaowphong, S., Tuantranont, A., & Srisamra, N. (2024). The impact of carbon nanoparticles derived from sucrose, glucose, and fructose precursors on the performance of fully printed perovskite solar cells. *Materials Today Communications*, 39, 108549.
- Ayawei, N., Ebelegi, A. N., & Wankasi , D. (2017). Modelling and interpretation of adsorption isotherms. *Journal of chemistry*, 2017(1), 3039817.
- Bafaqeer, A., Amin, N. S., Tahir, M., Ummer, A. C., Thabit, H. A., Theravalappil, R., & Ahmad, N. (2024). Construction of glucose precursor carbon/TiO₂ heterojunction with high ligand-to-metal charge transfer (LMCT) for visible light driven CO₂ reduction. *Chemical Engineering Research and design*, 201, 353-361.
- Bakre, P. V., Tilve, S. G., & Shirsat, R. N. (2020). Influence of N sources on the photocatalytic activity of N-doped TiO₂. *Arabian Journal of Chemistry*, 7637-7651.
- Basavarajappa, P. S., Patil, S. B., Ganganagappa, N., Reddy, K. R., Raghu, A. V., & Reddy, C. V. (2020). Recent progress in metal-doped TiO₂, non-metal doped/codoped TiO₂ and TiO₂ nanostructured hybrids for enhanced photocatalysis. *International journal of hydrogen energy*, 7764-7778.

- Batista, E. M., Shultz, J., Matos, T. T., Fornari, M. R., Ferreira, T. M., Szpoganicz, B., & Mangrich, A. S. (2018). Effect of surface and porosity of biochar on water holding capacity aiming indirectly at preservation of the Amazon biome. *Scientific Reports*, 8(1), 10677.
- Bazargan, M., Hosseini Taheri, S. E., Rahnama Vosough, P., Sadeghian, A., Babaei Zarch, M., & Mirzaei, M. (2025). Instantaneous adsorption and simultaneous removal of complex dyes with different charges through bio-based sorbent. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 22(7), 5363-5386.
- Bedru, T. K., Garuma, W. B., & Meshesha, B. T. (2024). A preliminary investigation of banana pseudo-stem (*Musa cavendish*) for pulp and paper production: morphology, chemical composition, FTIR, XRD and thermogravimetric analysis. *Nordic Pulp & Paper Research Journal*, 39(4), 553-562.
- Bon, C. Y., Mugobera, S., Phiri, I., Lee, K. S., Park, J. H., Ko, J. M., & Yoo, S. I. (2024). Zwitterionic silica sulfobetaine grafted activated carbon as electrode material for supercapacitors. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 694, 134161.
- Boscaro, P., Cacciaguerra, T., Cot, D., & Fajula, F. (2019). C, N-doped TiO₂ monoliths with hierarchical macro-/mesoporosity for water treatment under visible light. *Microporous and Mesoporous Materials*, 37-45.
- Bui, T. K., Nguyen, L. T., Cao, T. M., & Van Pham, V. (2024). Surface Modification of Biochar for Removal of Dye from Industrial Effluent: A Green Approach to Mitigate Environmental Pollutants. En *Catalytic Applications of Biochar for Environmental Remediation: A Green Approach Towards Environment (Vol 1)* (págs. 1-21). American Chemical Society.
- Calixto, O., Vasquez, J., Córdoba, E., Reguera, E., & Acevedo, P. (2021). Growth of cobalt hexacyanoferrate particles through electrodeposition and chemical etching of cobalt precursors on reticulated vitreous carbon foams for Na-ion electrochemical storage. *Solid State Sciences*, 116, 106603.
- Castellanos-Leal, E. L., Acevedo-Peña, P., Güiza-Arguello, V. R., & Córdoba-Tuta, E. M. (2017). N and F codoped TiO₂ thin films on stainless steel for photoelectrocatalytic removal of cyanide ions in aqueous solutions. *Materials Research*, 48-495.
- chares, S. M., & Muthiah, P. (2021). Eco-friendly degumming of natural fibers for textile applications: a comprehensive review. *Cleaner Engineering and Technology*, 100304, 5.
- Chaukura, N., Murimba, E. C., & Gwenzi, W. (2017). Synthesis, characterisation and methyl orange adsorption capacity of ferric oxide–biochar nano-composites derived from pulp and paper sludge. *Applied Water Science*, 7, 2175-2186.
- Chen, S., Qin, C., Wang, T., Chen, F., Li, X., & Zhou, M. (2019). Study on the adsorption of dyestuffs with different properties by sludge-rice husk biochar: adsorption capacity, isotherm, kinetic, thermodynamics and mechanism. *Journal of Molecular Liquids*, 62-74.

- Chen, S., Zhang, J., Zhang, C., Yue, Q., Li, Y., & Li, C. (2010). Equilibrium and kinetic studies of methyl orange and methyl violet adsorption on activated carbon derived from *Phragmites australis*. *Desalination*, 149-156.
- Chen, Z., Xue, R., Chen, H., Zhao, X., Guo, Z., Jin, Y., & Ren, P. (2024). Facile synthesis of water plant *Salvinia adnata* activated porous carbon for fast and highly efficient dye adsorption. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 687, 133488.
- Choudhary, M., Kumar, R., & Neogi, S. (2020). Activated biochar derived from *Opuntia ficus-indica* for the efficient adsorption of malachite green dye, Cu^{+2} and Ni^{+2} from water. *Journal of Hazardous Materials*, 122441.
- Chun, J., Jeon, S. K., & Chun, J. H. (2013). Determination of the Frumkin and Temkin Adsorption Isotherms of Underpotentially Deposited Hydrogen at Pt Group Metal Interfaces Using the Standard Gibbs Energy of Adsorption and Correlation Constants. *Journal of the Korean Electrochemical Society*, 16(4), 211-216.
- Chung, J., Sharma, N., Kim, M., & Yun, K. (2022). Journal of Water Process Engineering. *Activated carbon derived from sucrose and melamine as low-cost adsorbent with fast adsorption rate for removal of methylene blue in wastewaters*, 47, 102763.
- Connor, P., Schuch, J., Kaiser, B., & Jaegermann, w. (2020). The determination of electrochemical active surface area and specific capacity revisited for the system MnOx as an oxygen evolution catalyst. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 234(5), 979-99.
- Coşkun, R., Delibaş, A., & Öncel, K. (2019). Efficient removal of azo dyes with nano-flower formation using nano-basic resins. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 1-18.
- Crini, G., & Lichtfouse, E. (2019). Advantages and disadvantages of techniques used for wastewater treatment. *Environmental Chemistry Letters*, 145-155.
- da Silva, R. S., Oishi, S. S., Botelho, E. C., & Ferreira, N. G. (2020). Carbon foam composites based on expanded graphite for electrochemical application. *Diamond and Related Materials*, 103.
- Dahiya, S., Shoran, S., Sharma, D. N., Rao, V. S., Chaudhary, S., Nehra, S. P., & Sharma, A. (2024). Bioengineered Sustainable Phytofabrication of Anatase TiO_2 -Adorned g- C_3N_4 Nanocomposites and Unveiling their Photocatalytic Potential towards Advanced Environmental Remediation. *Chemosphere*, 142456.
- Dai, L., Zhu, W., He, L., Tan, F., Zhu, N., Zhou, Q., & Hu, G. (2018). Calcium-rich biochar from crab shell: an unexpected super adsorbent for dye removal. *Bioresource technology*, 510-516.
- Damodaran, S., & Parkin, K. L. (2017). Amino acids, peptides, and proteins. In Fennema's food chemistry. En D. R. Klein, & L. S. Starkey, *Organic chemistry* (págs. 235-356). CRC press.

- Darmawan, A., Nurfadila, H. U., Wahyuni, A. S., Muhtar, H., & Astuti, Y. (2024). Sucrose-derived carbon membranes for sustainable water desalination. *Journal of Coatings Technology and Research*, 1-13.
- Das, E., Rabha, S., Talukdar, K., Goswami, M., & Devi, A. (2023). Propensity of a low-cost adsorbent derived from agricultural wastes to interact with cationic dyes in aqueous solutions. *Environmental Monitoring and Assessment*, 195(9), 1044.
- de Souza Vieira, L. (2022). A review on the use of glassy carbon in advanced technological applications. *Carbon*, 282-302.
- DeCorte, J., Brown, B., Jeffrey, R., & Meiler, J. (2024). Interpretable Deep-Learning p K a Prediction for Small Molecule Drugs via Atomic Sensitivity Analysis. *Journal of Chemical Information and Modeling*, 65(1), 101-113.
- Díaz-Cañas, E. J., Córdoba-Tuta, E. M., & Acevedo-Peña, P. (2024). Sucrose-based reticulated vitreous carbon modified with N-doped TiO₂ as an adsorbent and photocatalyst: Enhanced removal of methyl orange from aqueous solutions. *Diamond and Related Materials*, 148, 111518.
- Ding, Y., Liu, J., Qiu, W., Cheng, Q., Fan, G., Song, G., & Zhang, S. (2022). Kinetics and behavior analysis of lobster shell pyrolysis by TG-FTIR and Py-GC/MS. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 165, 105580.
- Dmitriev, D. S., & Tenevich, M. I. (2023). Evaluation of the electrochemical active surface area for carbon felt and nanostructured Ni coatings as electrocatalysts for hydrogen evolution reaction. *Nanosystems: Phys. Chem. Math*, 14 (5), 590–600.
- Doane, T. L., Chuang, C. H., Hill, R. J., & Burda, C. (2012). Nanoparticle ζ -potentials. *Accounts of chemical research*, 45(3), 317-326.
- Donovan, M. (2003). SUGAR| Refining of Sugarbeet and Sugarcane. En B. Caballero, L. Trugo, & P. Finglas, *The Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition, Second Edition* (págs. 5659-5665). Baltimore: Elsevier Science Ltd.
- Elkholy, A. S., Yahia, M. S., Elnwawy, M. A., Gomaa, H. A., & Elzaref, A. S. (2023). Synthesis of activated carbon composited with Egyptian black sand for enhanced adsorption performance toward methylene blue dye. *Scientific Reports*, 4209.
- El-Sayed, E., Abd El-Aziz, E., Othman, H., & Hassabo, A. G. (2024). Azo dyes: Synthesis, classification and utilisation in textile industry. *Egyptian Journal of Chemistry*, 67(13), 87-97.
- Engel, M., & Chefetz, B. (2019). The missing link between carbon nanotubes, dissolved organic matter and organic pollutants. *Advances in Colloid and Interface Science*, 101993.
- Erinawati, D. A., Setyaningsih, W., & Palma, M. (2025). Spectroscopy and chemometric-based method for sugar profiling in high-fructose syrup. *Applied Food Research*, 5(1), 100872.

- Et-Tanteney, R., Allaoui, I., El Amrani, B., Manssouri, I., Laghrib, F. E., & Draoui, K. (2024). Bentonite-verbena biochar composite for anionic dye removal: Investigation, simulation and modeling. *Bioresource Technology Reports*, 28, 101981.
- Fan, M., Shao, Y., Li, C., Jiang, Y., Guo, Y., Zhang, S., & Hu, X. (2025). Activation of biochar by CO₂ produced from the same pyrolysis process and captured in situ by CaO. *Chemical Communications*, 61(3), 484-487.
- Farinos, R. M., & Ruotolo, L. A. (2016). Three-dimensional anodes prepared by electrodeposition of β -PbO₂ onto reticulated vitreous carbon with different porosities. *Journal of Materials Research*, 3168-3178.
- Ferreira, S. C., Bruns, R. E., Ferreira, H. S., Matos, G. D., David, J. M., Brandão, G. C., & Dos Santos, W. L. (2007). Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods. *Analytica chimica acta*, 597(2), 179-186.
- Food and Agriculture Organization of the United Nations . (2022). *STATE OF THE WORLD'S FORESTS 2022: Forest Pathways for Green Recovery and Building Inclusive, Resilient and Sustainable Economies*. FOOD & AGRICULTURE ORG.
- Gao, K., Xu, R., Chen, Y., Zhang, Z., Shao, J., Ji, H., & Gao, Y. (2023). TiO₂-carbon porous nanostructures for immobilization and conversion of polysulfides. *Chinese Chemical Letters*, 34(1), 107229.
- Gautam, N., & Das, G. (2024). Adsorption of antiviral and antibiotics by recyclable biochar derived from *Dillenia indica*: Impact of pyrolysis temperature and duration. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 703, 135265.
- Ghani, U., Hina, K., Iqbal, M., Irshad, M. K., Aslam, I., Saeed, R., & Ibrahim, M. (2022). Kinetic and isotherms modeling of methyl orange and chromium (VI) onto hexagonal ZnO microstructures as a membrane for environmental remediation of wastewater. *Chemosphere*, 136681.
- Giusto, L., Pissetti, F., Castro, T., & Magalhaes, F. (2017). Preparation of activated carbon from sugarcane bagasse soot and methylene blue adsorption. *Water, Air, & Soil Pollution*, 1-10.
- Gomes, J., Lincho, J., Domingues, E., Quinta-Ferreira, R. M., & Martines, R. C. (2019). N-TiO₂ photocatalysts: A review of their characteristics and capacity for emerging contaminants removal. *Water*, 11(2), 373.
- Guo, Q., Zhou, C., Ma, Z., & Yang, X. (2019). Fundamentals of TiO₂ photocatalysis: concepts, mechanisms, and challenges. *Advanced Materials*, 31 - 50.
- Guo, W., Yang, Z., Zhou, X. J., & Wu, Q. (2015). Degradation and mineralization of dyes with advanced oxidation processes (AOPs): A brief review. In 2015 International Forum on Energy. *Environment Science and Materials*, 341-344.
- Hamed, N. K., Nafarizal, N., Ahmad, M. K., Faridah, A. B., Makhtar, S. N., Noor, S. F., & Shimomura, M. (2023). Synergistic coupling {101}-{111} facet of N-doped TiO₂ film

- enhance spatial charge separation for methylene blue photodegradation. *Journal of Alloys and Compounds*, 961, 170977.
- Hanaor, D. A., & Sorrell, C. C. (2011). Review of the anatase to rutile phase transformation. *Journal of Materials science*, 855-874.
- Harris, D. C. (2010). Quantitative chemical analysis. En *Quantitative chemical analysis 7E* (págs. 199-218). New York: Macmillan.
- He, X., Wu, M., Ao, Z., Lai, B., Zhou, Y., & An, T. (2021). Metal–organic frameworks derived C/TiO₂ for visible light photocatalysis: Simple synthesis and contribution of carbon species. *Journal of Hazardous Materials*, 124048.
- Henrique, F., Zuk, P. J., & Gupta, A. (2022). Charging dynamics of electrical double layers inside a cylindrical pore: predicting the effects of arbitrary pore size. *Soft Matter*, 18(1), 198-213.
- Hosseini-Monfared, H., Mohammadi, Y., Montazeri, R., Gasemzadeh, S., & Varma, R. S. (2021). Effect of biochar on the photocatalytic activity of nitrogen-doped titanium dioxide nanocomposite in the removal of aqueous organic pollutants under visible light illumination. *Nanochemistry Research*, 6(1), 79-93.
- Hunter, R. D., Ramírez-Rico, J., & Schnepf, Z. (2022). Iron-catalyzed graphitization for the synthesis of nanostructured graphitic carbons. *Journal of Materials Chemistry A*, 10(9), 4489-4516.
- Huo, Y., Bian, Z., Zhang, X., Jin, Y., Zhu, J., & Li, H. (2008). Highly Active TiO₂-x N x Visible Photocatalyst Prepared by N-Doping in Et₃N/EtOH Fluid under Supercritical Conditions. *The Journal of Physical Chemistry C*, 6546-6550.
- Israelachvili, J. N. (2011). Electrostatic forces between surfaces in liquids. Intermolecular and surface forces. En J. N. Israelachvili, *Intermolecular and surface forces* (págs. 291-340). California: Academic press.
- Iwuozor, K. O., Ighalo, J. O., Emenike, E. C., Ogunfowora, L. A., & Igwegbe, C. A. (2021). Adsorption of methyl orange: A review on adsorbent performance. *Current Research in Green and Sustainable Chemistry*, 100179.
- Jain, M., Khan, S., Pandey, A., Pant, K. K., Ziora, Z. M., & Blaskovich, M. A. (2021). Instructive analysis of engineered carbon materials for potential application in water and wastewater treatment. *Science of The Total Environment*, 148583.
- Jalali, E., Maghsoudi, S., & Noroozian, E. (2020). A novel method for biosynthesis of different polymorphs of TiO₂ nanoparticles as a protector for *Bacillus thuringiensis* from Ultra Violet. *Scientific Reports*, 426.
- Jaramillo Gutiérrez, M. (2019). *Modelado de un reactor fotoelectroquímico tubular, basado en los fenómenos interfaciales y de transporte, para el tratamiento de agua de producción proveniente de recobro químico*. Bucaramanga, Colombia: Universidad Industrial de Santander.

- Jaramillo-Gutiérrez, M. I., Acevedo-Peña, P., Reguera, E., Niño-Gómez, M. E., & Pedraza-Avella, J. A. (2020). Photoelectrochemical performance of S, N-codoped TiO₂ films supported on Ti and their enhanced photoelectrocatalytic activity in the generation of hydroxyl radicals. *Journal of The Electrochemical*, 166514.
- Jawad, A. H., Mohammed, I. A., & Abdulhameed, A. S. (2020). Tuning of fly ash loading into chitosan-ethylene glycol diglycidyl ether composite for enhanced removal of reactive red 120 dye: optimization using the Box–Behnken design. *Journal of Polymers and the Environment*, 28.
- Jeong, H., Suni, I. I., Chen, R., Miletic, M., Su, X., & Seebauer, E. G. (2025). Reactions of fluid and lattice oxygen mediated by interstitial atoms at the TiO₂ (110)–water interface. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 27(18), 9522-9536.
- Jia, G., Wang, Y., Cui, X., & Zheng, W. (2018). Highly carbon-doped TiO₂ derived from MXene boosting the photocatalytic hydrogen evolution. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 13480-13486.
- Jiang, Y., He, B., & Liu, A. (2023). Understanding the influence of additives on methyl orange degradation using adsorption/photocatalysis functioned materials. *Journal of Water Process Engineering*, 53, 103621.
- Kaith, B. S., Dhiman, J., & Bhatia, J. K. (2015). Preparation and application of grafted Holarrhena antidysenterica fiber as cation exchanger for adsorption of dye from aqueous solution. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 3(2), 1038-1046.
- Kanzariya, R., Gautam, A., Parikh, S., & Gautam, S. (2024). Thermally Stable P (3HB) Synthesis from Cane Molasses by Co-culture of *Alcaligenes* sp. NCIM 5085 and *Bacillus subtilis*. *Waste and Biomass Valorization*, 15(6), 3535-3552.
- Kapoor, R. T., Rafatullah, M., Siddiqui, M. R., & Alam, M. (2024). Adsorptive potential of coconut fruit shell biochar as low-cost adsorbent for sequestration of rhodamine B dye: kinetics, thermodynamics and phytotoxicity studies. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 1-20.
- Karabourniotis, G., Horner, H. T., Bresta, P., Nikolopoulos, D., & Liakopoulos, G. (2020). New insights into the functions of carbon–calcium inclusions in plants. *New Phytologist*, 228(3), 845-854.
- Khaki, M. R. D., Shafeeyan, M. S., Raman, & A. A. A. (2017). Application of doped photocatalysts for organic pollutant degradation - A review. *Journal of Environmental Management*, 78–94.
- Khalid, N. R., Majid, A., Tahir, M. B., & Niaz, N. A. (2017). Carbonaceous-TiO₂ nanomaterials for photocatalytic degradation of pollutants: A review. *Ceramics International*, 14552-14571.
- Khan, A. M., Mehmood, A., Sayed, M., Nazar, M. F., Ismail, B., Khan, R. A., & Khan, A. R. (2017). Influence of acids, bases and surfactants on the photocatalytic degradation of a model dye rhodamine B. *Journal of Molecular Liquids*, 236, 395-403.

- Khuri, A. I. (2017). Response surface methodology and its applications in agricultural and food sciences. *Biom. Biostat Int. J.*, 5(5), 155-163.
- Kovač, B., Ljubić, I., Kivimäki, A., Coreno, M., & Novak. (2015). The study of the electronic structure of some N-heterocyclic carbenes (NHCs) by variable energy photoelectron spectroscopy. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 17(16), 10656-10667.
- Krishnappa, B., Saravu, S., Shivanna, J. M., Naik, M., & Hedge, G. (2022). Fast and effective removal of textile dyes from the wastewater using reusable porous nano-carbons: a study on adsorptive parameters and isotherms. *Environmental Science and Pollution Research*, 79067-79081.
- Kumar, R., Choudhary, R., Kolay, S., Pandey, O. P., Singh, K., & Bhargava, P. (2022). Carbon coated titanium dioxide (CC-TiO₂) as an efficient material for photocatalytic degradation. *Energy Advances*, 926-934.
- Lan, D., Zhu, H., Zhang, J., Li, S., Chen, Q., & Wang, C. (2021). Adsorptive removal of organic dyes via porous materials for wastewater treatment in recent decades: A review on species, mechanisms and perspectives. *Chemosphere*, 133464.
- Le, L. V., Kim, T. J., Kim, Y. D., & Aspnes, D. E. (2022). Decoding ‘Maximum Entropy’ Deconvolution. *Entropy*, 24(9), 1238.
- Lee, H., Fiore, S., & Berruti, F. (2024). Adsorption of methyl orange and methylene blue on activated biocarbon derived from birchwood pellets. *Biomass and Bioenergy*, 191, 107446.
- Leffler, M., Mirich, A., Fee, J., March, S., & Suib, S. L. (2024). Part I: determination of a structure/property transformation mechanism responsible for changes in the point of zero change of anatase titania with decreasing particle size. *RSC advances*, 14(42), 30543-30565.
- Lei, J., Li, H., Zhang, J., & Anpo, M. (2016). Mixed-phase TiO₂ nanomaterials as efficient photocatalysts. Low-Dimensional and Nanostructured Materials and Devices: Properties, Synthesis, Characterization. *Modelling and Applications*, 423-460.
- Li, D., Xing, Z., Yu, X., & Cheng, X. (2015). One-step hydrothermal synthesis of CNS-tridoped TiO₂-based nanosheets photoelectrode for enhanced photoelectrocatalytic performance and mechanism. *Electrochimica Acta*, 182-190.
- Li, M., Huang, H., Yu, S., Tian, N., Dong, F., Du, X., & Zhang, Y. (2016). Simultaneously promoting charge separation and photoabsorption of BiOX (X= Cl, Br) for efficient visible-light photocatalysis and photosensitization by compositing low-cost biochar. *Applied surface science*, 386, 285-295.
- Li, P., Liu, C., Luo, Y., Shi, H., Li, Q., PinChu, C., & Fan, W. (2022). Oxalate in plants: metabolism, function, regulation, and application. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 70(51), 16037-16049.

- Li, P., Qu, J., He, Y., Bo, Z., & Pei, M. (2020). Global calibration model of UV-Vis spectroscopy for COD estimation in the effluent of rural sewage treatment facilities. *RSC advances*, 10(35), 20691-20700.
- Li, X., Banham, D., Feng, F., Forouzandeh, F., Ye, S., Kwok, D. Y., & Birss, V. (2015). Wettability of colloid-imprinted carbons by contact angle kinetics and water vapor sorption measurement. *Carbon*, 44-60.
- Li, Y., Wang, H., Wang, L., Wang, R., He, B., Gong, Y., & Hu, X. (2019). Ultrafast Na⁺-storage in TiO₂-coated MoS₂@N-doped carbon for high-energy sodium-ion hybrid capacitors. *Energy Storage Materials*, 95-104.
- Lian, B., De Luca, S., You, Y., Alwarappan, S., Yoshimura, M., Sahaiwalla, V., & Joshi, R. K. (2018). Extraordinary water adsorption characteristics of graphene oxide. *Chemical science*, 5106-5111.
- Liang, D., Cui, C., Hu, H., Wang, Y., Xu, S., Ying, B., & Shen, H. (2014). One-step hydrothermal synthesis of anatase TiO₂/reduced graphene oxide nanocomposites with enhanced photocatalytic activity. *Journal of Alloys and Compounds*, 236-240.
- Lim, S., Heo, J. P., Ahn, G., Ryu, K. H., & Sung, S. (2022). Perturbation-based pH control systems for buffer and equivalence points. *Computers & Chemical Engineering*, 168, 108065.
- Liu, J., Li, H., Zhang, X., Yue, L., Lu, W., & Ma, S. (2023). Cost-efficient production of the sphinganol WL gum by *Sphingomonas* sp. WG using molasses and sucrose as the carbon sources. *Marine Biotechnology*, 25(1), 192-203.
- Liu, Y., Dai, X., Li, J., Cheng, S., Zhang, J., & Ma, J. (2024). Recent progress in TiO₂-biochar-based photocatalysts for water contaminants treatment: strategies to improve photocatalytic performance. *RSC advances*, 14(1), 478-491.
- Love, D. J., & Muzzell, D. J. (2009). Minimising sucrose loss in final molasses: the three laws of molasses loss. (págs. 82, 319-330). Durban: South African Sugar Technologists.
- Lunkad, R., Biehl, P., Murriliuk, A., Blanco, P. M., Mons, P., Stepanek, M., & Kosovan, P. (2022). Simulations and Potentiometric Titrations Enable Reliable Determination of Effective pK_a Values of Various Polyzwitterions. *Macromolecules*, 55(17), 7.
- Martini, B. K., Daniel, T. G., Corazza, M. Z., & de Carvalho, A. E. (2018). Methyl orange and tartrazine yellow adsorption on activated carbon prepared from boiler residue: Kinetics, isotherms, thermodynamics studies and material characterization. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 6(5), 6669-6679.
- Mayilswamy, N., Kandasubramanian, B., & Gore, A. (2025). ANN-BASED PREDICTIVE MODELLING FOR OPTIMIZING RHODAMINE B REMOVAL FROM AQUEOUS MATRICES USING BALL-MILLED SEWAGE SLUDGE BIOCHAR. *Materials Today Communications*, 112798.

- Mélinon, P. (2021). Vitreous Carbon, Geometry and Topology: A Hollistic Approach. *Nanomaterials*, 1694.
- Minagricultura. (2020). *Cadena de Banano*. Bogotá: Ministerior de Agricultura y Desarrollo Rural.
- Misran, E., Bani, O., Situmeang, E. M., & Purba, A. (2022). Banana stem based activated carbon as a low-cost adsorbent for methylene blue removal: Isotherm, kinetics, and reusability. *Alexandria Engineering Journa*, 61(3), 1946-1955.
- Mohamed, M. M., Bayoumy, W. A., & El-Ashkar, T. M. (2019). Graphene oxide dispersed in N-TiO₂ nanoplatelets and their implication in wastewater remediation under visible light illumination: Photoelectrocatalytic and photocatalytic properties. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 102884.
- Mohammad, A. T., Abdulhameed, A. S., & Jawad, A. H. (2019). Box-Behnken design to optimize the synthesis of new crosslinked chitosan-glyoxal/TiO₂ nanocomposite: methyl orange adsorption and mechanism studies. *International journal of biological macromolecules*, 129,98-109.
- Mo'men, S. A., Qahtan, T. F., Alansi, A. M., Alanazi, A. A., Alfuhaid, N. A., Salah, D., & Yousery, A. (2024). Photocatalytic activity of TiO₂-Carbon nanocomposite films against *Culex pipiens* mosquito larvae under sunlight irradiation. *Materials Today Sustainability*, 28, 100945.
- Mortada, W. I., Ghaith, M. M., Khedr, N. E., Ellethy, M. I., Mohsen, A. W., & Shafik, A. L. (2024). Mesoporous magnetic biochar derived from common reed (*Phragmites australis*) for rapid and efficient removal of methylene blue from aqueous media. *Environmental Science and Pollution Research*, 31(29), 42330-42341.
- Mudhoo, A., & Pittman Jr, C. U. (2023). Adsorption data modeling and analysis under scrutiny: A clarion call to redress recently found troubling flaws. *Chemical Engineering Research and Design*, 192, 371-388.
- Munyensanga, P., Bricha, M., & El Mabrouk, K. (2025). Enhanced bioactivity and biocorrosion resistance of porous CoCrMo implants with high-silica glass coatings. *Materials Today Communications*, 42, 111477.
- Nagavenkatesh, K. R., Murugesan, M., Sambathkumar, C., Devendran, P., Nallamuthu, N., & Krishna Kumar, M. (2024). Bio-Inspired Energy Storage Electrode: Utilizing Co₃O₄ Hollow Spheres Derived from Sugarcane Bagasse Extract Synthesis Via Hydrothermal Route. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 1-14.
- Nandiyanto, A. B., Azizah, N. N., & Rahmadiani, S. (2021). Isotherm study of banana stem waste adsorbents to reduce the concentration of textile dying waste. *Journal of Engineering Research*.
- Nandiyanto, A. D., Oktiani, R., & Ragadhita, R. (2019). How to read and interpret FTIR spectroscopy of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 97-118.

- Naveenkumar, R., Karthikeyan, B., & Senthilvelan, S. (2024). Facile green synthesis of activated biocarbon-cobalt-doped TiO₂ nanocomposite for enhanced antibacterial effect and efficient photocatalytic for dye degradation. *Brazilian Journal of Physics*, 54(5), 170.
- Nguyen Thi, Q. A., Nguyen, M. H., Huy, N. N., Padungthon, S., & Nguyen, T. T. (2024). Adsorptive removal of Cu²⁺ and Ca²⁺ from aqueous solution by microcrystalline cellulose extracted from post-harvest banana pseudo-stem. *Polymer Bulletin*, 81(17), 16241-1.
- Nicholas P. Cheremisinoff, P. R. (2008). CHAPTER SIX - The Food and Dairy Industry. En P. R. Nicholas P. Cheremisinoff, *Responsible Care* (págs. 383-434). Gulf Publishing Company.
- Nie, X., Li, G., Wong, P. K., Zhao, H., & An, T. (2014). Synthesis and characterization of N-doped carbonaceous/TiO₂ composite photoanodes for visible-light photoelectrocatalytic inactivation of Escherichia coli K-12. *Catalysis Today*, 230, 67-73.
- Niu, P., & Hao, J. (2014). Efficient degradation of organic dyes by titanium dioxide–silicotungstic acid nanocomposite films: influence of inorganic salts and surfactants. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 443, 501-507.
- Nosaka, Y., & Nosaka, A. Y. (2017). Generation and detection of reactive oxygen species in photocatalysis. *Chemical reviews*, 11302-11336.
- Nowicki, P., Gruszczyńska, K., Urban, T., & Wiśniewska, M. (2022). Activated biocarbons obtained from post-fermentation residue as potential adsorbents of organic pollutants from the liquid phase. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 58.
- OECD-FAO. (2024). *OECD-FAO Agricultural Outlook 2024-2033*. TRADE AND AGRICULTURE DIRECTORATE.
- Oishi, S. S., Botelho, E. C., Rezende, M. C., & Ferreira, N. G. (2017). Structural and surface functionality changes in reticulated vitreous carbon produced from poly (furfuryl alcohol) with sodium hydroxide additions. *Applied Surface Science*, 87-97.
- Parker, H. L., Hunt, A. J., Budarin, V. L., Budarin, V. L., Shuttleworth, P. S., Miller, K. L., & Clark, J. H. (2012). The importance of being porous: polysaccharide-derived mesoporous materials for use in dye adsorption. *RSC advances*, 2(24), 8992-8997.
- Pavese, M., Musso, S., Bianco, S., Giorcelli, M., & Pugno, N. (2008). An analysis of carbon nanotube structure wettability before and after oxidation treatment. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 474206.
- Peiris, S., De Silva, H., Ranasinghe, K., Bandara, S., & Perera, I. (2021). Recent development and future prospects of TiO₂ photocatalysis. *Journal of the Chinese Chemical Society*, 738-769.
- Pereira, A. S., Nascimento, D. M., Souza, M. S., Cassales, A. R., Morais, J. S., Paula, R. M., & Feitosa, J. P. (2014). Banana (Musa sp. cv. Pacovan) pseudostem fibers are composed of varying lignocellulosic composition throughout the diameter. *BioResources*, 9(4), 7749-7763.

- Piccin, J. S., Cadaval, T. S., De Pinto, L. A., & Dotto, G. L. (2017). Adsorption isotherms in liquid phase: experimental, modeling, and interpretations. *Adsorption processes for water treatment and purification*, 19-51.
- Pinzón, A. A., & Méndez, J. F. (2022). *Evaluación del Proceso de Decoloración de Soluciones de Naranja de Metilo por Adsorción y Fotoelectrocátalisis Empleando el Sistema TiO₂-N-F/CVR*. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander.
- Praveen, P., Viruthagiri, G., Mugundan, S., & Shanmugan, N. (2014). Structural, optical and morphological analyses of pristine titanium di-oxide nanoparticles–Synthesized via sol–gel route. *Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 622-629.
- Quiroz-Estrada, K., Rojas-Candelas, L., Cervantes-Sodi, F., Calderón, H. A., Guerrero-Araque, D., & Felipe, C. (2025). Obtaining CMK-3 carbon using three different carbon sources: sucrose, commercial pectin, and pectin extracted from apple wastes. *Journal of Porous Materials*, 1-14.
- Rajput, N. A., Laghari, M., & Soothar, R. K. (2024). Enhanced phosphorus and potassium recovery through co-pyrolysis of nutrient-rich biomass feedstocks for engineered biochar production. *Bioresource Technology Reports*, 26, 101818.
- Ramanavicius, S., & Ramanavicius, A. (2020). Insights in the application of stoichiometric and non-stoichiometric titanium oxides for the design of sensors for the determination of gases and VOCs (TiO₂– x and Ti_nO_{2n– 1} vs. TiO₂). *Sensors*, 20(23), 6833.
- Ramírez, G., Recio, F. J., Herrasti, P., & Ponce de León, C. (2016). Effect of RVC porosity on the performance of PbO₂ composite coatings with titanate nanotubes for the electrochemical oxidation of azo dyes. *Electrochimica Acta*, 9-17.
- Rangu, S. D., Mon, P. P., Cho, P. P., Mudadla, U. R., Duvvuri, S., & Challapalli, S. (2025). Simultaneous and efficient adsorption of methylene blue and methyl orange by low-cost adsorbent derived from waste tire. *Environmental Science and Pollution Research*, 1-18.
- Regadera-Macías, A. M., Morales-Torres, S., Pastrana-Martinez, L. M., & Maldonado-Hódar, F. J. (2023). Ethylene removal by adsorption and photocatalytic oxidation using biocarbon–TiO₂ nanocomposites. *Catalysis Today*, 413, 113932.
- Reimer, C., Snowdon, M. R., Vivekanandhan, S., You, X., Misra, M., Gregori, S., & Mohanty, A. K. (2020). Synthesis and characterization of novel nitrogen doped biocarbons from distillers dried grains with solubles (DDGS) for supercapacitor applications. *Bioresource Technology Reports*, 9, 100375.
- Rouquerol, J., Rouquerol, F., Llewellyn, P., Maurin, G., & Sing, K. (2013). Adsorption by powders and porous solids: principles, methodology and applications. *Academic press*, 11-44.
- Ruiz-Velducea, H. A., Moreno-Vásquez, M. J., Guzmán, H., Esquer, J., Rodríguez-Félix, F., Graciano-Verdugo, A. Z., & Tapia-Hernández, J. A. (2024). Valorization of Agave angustifolia Bagasse Biomass from the Bacanora Industry in Sonora, Mexico as a Biochar

- Material: Preparation, Characterization, and Potential Application in Ibuprofen Removal. *Sustainable Chemistry*, 5(3), 196-214.
- Ruiz-Velducea, H. A., Moreno-Vásquez, M. J., Guzmán, H., Esquer, J., Rodríguez-Félix, F., Graciano-Verdugo, A. Z., & Tapia-Hernández, J. A. (2024). Valorization of Agave Angustifolia Bagasse Biomass from the Bacanora Industry in Sonora, Mexico as a Biochar Material: Preparation, Characterization, and Potential Application in Ibuprofen Removal. *Sustainable Chemistry*, 5(3), 196-214.
- Ryu, J., Kim, S., Kim, H. I., Jo, E. H., Kim, Y. K., Kim, M., & Jang, H. D. (2015). Self-assembled TiO₂ agglomerates hybridized with reduced-graphene oxide: a high-performance hybrid photocatalyst for solar energy conversion. *Chemical Engineering Journal*, 409-416.
- Sai, D. A., Nataraj, K. S., & Lakshmana, R. A. (2023). Response surface methodology-a statistical tool for the optimization of response. *Global Journal of Addiction & Rehabilitation Medicine*, 7(1), 555705.
- Salvestrini, S., Ambrosone, L., & Kopinke, F. D. (2022). Some mistakes and misinterpretations in the analysis of thermodynamic adsorption data. *Journal of Molecular Liquids*, 352, 118762.
- Samborska, K., Bonikowski, R., Kalembe, D., Barańska, A., Jedlińska, A., & Edris, A. (2021). Volatile aroma compounds of sugarcane molasses as affected by spray drying at low and high temperature. *Lwt*, 145, 111288.
- Sanchez-Martinez, A., Ceballos-Sanchez, O., Koop-Santa, C., López-Mena, E. R., Orozco-Guareño, E., & García-Guaderrama, M. (2018). N-doped TiO₂ nanoparticles obtained by a facile coprecipitation method at low temperature. *Ceramics International*, 5273-5283.
- Sango, T., Yona, A. C., Duchatel, L., Marin, A., Ndikontar, M. K., Joly, N., & Lefebvre, J. M. (2018). Step-wise multi-scale deconstruction of banana pseudo-stem (*Musa acuminata*) biomass and morpho-mechanical characterization of extracted long fibres for sustainable applications. *Industrial Crops and Products*, 122, 657-668.
- Santos, R., Silva, É. F., Dantas, E. E., Oliveira, E. D., Simoes, T. B., Araújo, I. R., & Almeida, L. C. (2020). Potential Reuse of PET Waste Bottles as a Green Substrate/Adsorbent for Reactive Black 5 Dye Removal. *Water, Air, & Soil Pollution*, 1-16.
- Sarfo, D. K., Kaur, A., Marshall, D. L., & O'Mullane, A. P. (2023). Electrochemical degradation and mineralisation of organic dyes in aqueous nitrate solutions. *Chemosphere*, 137821.
- Sarma, G. K., SenGupta, S., & Bhattacharyya, K. G. (2018). Adsorption of monoazo dyes (Crocein Orange G and Procion Red MX5B) from water using raw and acid-treated montmorillonite K10: insight into kinetics, isotherm, and thermodynamic parameters. *Water, Air, & Soil Pollution*, 1-17.
- Senapati, S., Giri, J., Mallick, L., Singha, D., Bastia, T. K., Rath, P., & Panda, A. K. (2025). Rapid adsorption of industrial cationic dye pollutant using base-activated rice straw biochar: performance, isotherm, kinetic and thermodynamic evaluation. *Discover Sustainability*, 6(1), 46.

- Shiell, T. B., Wong, S., Yang, W., Tanner, C. A., Haberl, B., Elliman, R. G., & Bradby, J. E. (2019). The composition, structure and properties of four different glassy carbons. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 119561.
- Shu, X., & Liu, X. (2024). Efficacy and mechanism of nano-biochar supported TiO₂ in removing dichloroacetic acid from swimming pools. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 29(3), e20240316.
- Skorupska, M., Kamedulski, P., Lukaszewicz, J. P., & Ilnicka, A. (2021). The improvement of energy storage performance by sucrose-derived carbon foams via incorporating nitrogen atoms. *Nanomaterials*, 760.
- Somma, S., Reverchon, E., & Baldino, L. (2021). Water purification of classical and emerging organic pollutants: An extensive review. *ChemEngineering*, 5(3), 47.
- Song, F., & Hu, X. (2014). Exfoliation of layered double hydroxides for enhanced oxygen evolution catalysis. *Nature communications*, 4477.
- Špadina, M., Gourdin-Bertin, S., Dražić, G., Selmani, A., Dufreche, J. F., & Bohinc, K. (2018). Charge properties of TiO₂ nanotubes in NaNO₃ aqueous solution. *ACS applied materials & interfaces*, 10(15), 13130-13142.
- Strebel, A., Behringer, M., Hilbig, H., Machner, A., & Helmreich, B. (2024). Anionic azo dyes and their removal from textile wastewater through adsorption by various adsorbents: a critical review. *Frontiers in Environmental Engineering*, 3, 1347981.
- Taer, E., Yanti, N., Putri Azaria, D., Apriwandi, A., Taslim, R., & Dahlan, D. (2023). Synthesis of highly self-dual-doped O, P carbon nanosheets derived from banana stem fiber for high-performance supercapacitor electrode. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 45(3), 9217-9230.
- Tang, X., Lei, Y., Yu, C., Wang, C., Zhang, P., & Lu, H. (2023). Highly-efficient degradation of organic pollutants by oxalic acid modified sludge biochar: Mechanism and pathways. *Chemosphere*, 325, 138409.
- Technology, G. U. (2018). *China Patente n° CN108940202*.
- Tejada-Tovar, C., Villabona-Ortíz, Á., González-Delgado, Á., Herrera-Barros, A., & Ortega-Toro, R. (2023). Selective and Binary Adsorption of Anions onto Biochar and Modified Cellulose from Corn Stalks. *Water*, 15(7), 1420.
- Terán Acuña, N., Güiza Argüello, V., & Córdoba Tuta, E. (2020). Reticulated Vitreous Carbon Foams from Sucrose: Promising Materials for Bone Tissue Engineering Applications. *Springer*.
- Terán, N. (2018). *Desarrollo de Andamios de Carbón Vítreo Reticulado de Celda Poliédrica a Partir de Sacarosa para Aplicaicones en Ingeniería de Tejido Óseo*. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander.
- Teweldebrihan, M. D., & Dinka, M. O. (2024). Methyl red adsorption from aqueous solution using Rumex Abyssinicus-derived biochar: Studies of kinetics and isotherm. *Water*, 16(16), 2237.

- Tian, F., Zhang, Y., Zhang, J., & Pan, C. (2012). Raman spectroscopy: a new approach to measure the percentage of anatase TiO₂ exposed (001) facets. *The Journal of Physical Chemistry C*, 7515-7519.
- Tian, K., Li, C., Liu, H., & Wang, L. (2025). Functionalization of biochar using SDS/SAP nanomicelles enhanced its immobilization capacity for dyes and heavy metals in water. *Scientific Reports*, 15(1), 7199.
- Tiwari, A. K., Prasad, N., Kapoor, A., Arya, A. K., & Pal, D. B. (2023). Sustainable valorization of Cascabela thevetia fruit peel and seed waste biomass: characterization and thermo-kinetic analysis. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 1-13.
- Toğrul, H., & Arslan, N. (2004). Mathematical model for prediction of apparent viscosity of molasses. *Journal of Food Engineering*, 62(3), 281-289.
- Tran, P. T., Truong, T. A., Le, H. M., Vo, K. D., Nguyen, H. M., Nguyen, L. Q., & Van, N. D. (2024). Facile preparation of magnetic activated carbon from *Peltophorum pterocarpum* flowers for persulfate activation in methyl orange treatment. *Bioresource Technology Reports*, 27, 101953.
- Tripathi, S., Purchase, D., Al-Rashed, S., & Chandra, R. (2022). Microbial community dynamics and their relationships with organic and metal pollutants of sugarcane molasses-based distillery wastewater sludge. *Environmental Pollution*, 292, 118267.
- Tripathi, S., Sharma, P., Singh, K., Purchase, D., & Chandra, R. (2021). Translocation of heavy metals in medicinally important herbal plants growing on complex organometallic sludge of sugarcane molasses-based distillery waste. *Environmental Technology & Innovation*, 22, 101434.
- Valange, S., & Védrine, J. (2018). General and prospective views on oxidation reactions in heterogeneous catalysis. *Catalysts*, 483.
- Vasconcelos, V. M., Santos, G. O., & Eguiluz, K. I. (2022). Recent advances on modified reticulated vitreous carbon for water and wastewater treatment—A mini-review. *Chemosphere*, 131573.
- Vazquez, J., Acevedo, P., Guzmán, A., Reguera, E., & Córdoba, E. (2020). Sucrose-based reticulated vitreous carbon foams and their modification with nickel hexacyanoferrate for energy storage applications. *Diamond and Related Materials*, 109, 108084.
- Vazquez-Samperio, J., Acevedo-Peña, P., Guzmán-Vargas, A., Reguera, E., & Cordoba-Tuta, E. (2021). Incorporation of heteroatoms into reticulated vitreous carbon foams derived from sucrose to improve its energy storage performance. *International Journal of Energy Research*, 45(4), 6383-6394.
- Walsh, F. C., Arenas, L. F., De León, C. P., Reade, G. W., Whyte, I., & Mellor, B. G. (2016). The continued development of reticulated vitreous carbon as a versatile electrode material: Structure, properties and applications. *Electrochimica Acta*, 215-566.

- Wang, D., Huang, L., Fang, H., Li, S., Wang, G., Zhou, S., & Sun, X. (2023). Activated carbon fibers functionalized with superhydrophilic coated pDA/TiO₂/SiO₂ with photoluminescent self-cleaning properties for efficient oil-water separation. *Journal of Hazardous Materials*, 133373.
- Wang, H., Xiang, H., Xiong, T., Feng, J., Zhang, J., & Li, X. (2023). A straightforward approach utilizing an exponential model to compensate for turbidity in chemical oxygen demand measurements using UV-vis spectrometry. *Frontiers in Microbiology*, 14, 1224207.
- Wang, J., Ren, P., Du, Y., Zhao, X., Chen, Z., Pei, L., & Jin, Y. (2023). Construction of tubular g-C₃N₄/TiO₂ S-scheme photocatalyst for high-efficiency degradation of organic pollutants under visible light. *Journal of Alloys and Compounds*, 947(169659).
- Wang, S., Zhang, H., Wang, J., Hou, H., Du, C., Ma, P. C., & Kadier, A. (2021). Application of biochar for wastewater treatment. In R. T. Kapoor, H. Treichel, & M. P. Shah, *Biochar and its Application in Bioremediation* (pp. 67-90). Singapore: Springer.
- Wen, G., Na, D., Yan, Y., & Liu, H. (2024). Sulfonated sucrose-derived carbon: efficient carbocatalysts for ester hydrolysis. *New Journal of Chemistry*, 48(44), 18796-18802.
- WILKES, R., & Jennings, R. P. (1971). A routine method for measuring molasses viscosity. *Measurements*, 6, 10.
- Wu, C., Wang, X., Zhu, Y., Dong, L., & Xu, J. (2025). SN-doping TiO₂@ MXene heterostructure in-situ derived from MXene frameworks as high rate anodes for Lithium/Sodium-ion batteries. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 118833.
- Xiao, W., Garba, Z. N., Sun, S., Lawan, I., Wang, L., Lin, M., & Yuan, Z. (2020). Preparation and evaluation of an effective activated carbon from white sugar for the adsorption of rhodamine B dye. *Journal of Cleaner Production*, 253, 119989.
- Xiong, Z. W., Meng, Y. J., Luo, C. B., Liu, Z. Q., Li, D. Q., & Li, J. (2023). Ti⁴⁺-dopamine/sodium alginate multicomponent complex derived N-doped TiO₂@ carbon nanocomposites for efficient removal of methylene blue. *International Journal of Biological Macromolecules*, 125200.
- Xue, S., Tan, J., Ma, X., Xu, Y., Wan, R., & Tao, H. (2022). Boron-doped activated carbon derived from *Zoysia sinica* for Rhodamine B adsorption: The crucial roles of defect structures. *FlatChem*, 34, 100390.
- Yagub, M. T., Sen, T. K., Afroze, S., & Ang, H. M. (2014). Dye and its removal from aqueous solution by adsorption: a review. *Advances in colloid and interface science*, 172-184.
- Yamada, H., Yoshii, K., Asahi, M., Chiku, M., & Kitazumi, Y. (2022). Cyclic voltammetry part 2: Surface adsorption, electric double layer, and diffusion layer. *Electrochemistry*, 90(10), 102006-102006.

- Yan, Y., Chen, G., Liu, W., Qu, M., Xie, Z., & Wang, F. (2024). Pre carbonization for regulating sucrose-based hard carbon pore structure as high plateau capacity sodium-ion battery anode. *Journal of Energy Storage*, 104, 114590.
- Yang, G., Jiang, Z., Shi, H., Xiao, T., & Yan, Z. (2010). Preparation of highly visible-light active N-doped TiO₂ photocatalyst. *Journal of Materials Chemistry*, 5301-5309.
- Yang, K., Dai, Y., & Huang, B. (2007). Study of the nitrogen concentration influence on N-doped TiO₂ anatase from first-principles calculations. *The journal of physical chemistry C*, 12086-12090.
- Yang, S., Hou, J., Chen, L., Yang, F., Li, T., Sun, L., & Hua, D. (2024). Study on Pyrolysis Behavior of Avermectin Mycelial Residues and Characterization of Obtained Gas, Liquid, and Biochar. *Processes*, 12(6), 1118.
- Yefimov, S. (2023). Finding Singular Points of the Titration Curve by Solving the Equation of State of the Electrolyte Solution. *Sch Acad J Pharm*, 12(3), 74-78.
- Yi, Z., Sharif, R., Gulzar, S., Huang, Y., Ning, T., Zhan, H., & Xu, C. (2024). Changes in hemicellulose metabolism in banana peel during fruit development and ripening. *Plant Physiology and Biochemistry*, 215, 109025.
- Yildiz, T., Yatmaz, H., & Öztürk, K. (2020). Anatase TiO₂ powder immobilized on reticulated Al₂O₃ ceramics as a photocatalyst for degradation of RO16 azo dye. *Ceramics International*, 8651-8657.
- Zaidi, S. Z., Harito, C., Bavykin, D. V., Martins, A. S., Yuliarto, B., Walsh, F. C., & De León, C. P. (2020). Photocatalytic degradation of methylene blue dye on reticulated vitreous carbon decorated with electrophoretically deposited TiO₂ nanotubes. *Diamond and Related Materials*, 109.
- Zhang, B., Mei, M., Li, K., Liu, J., Wang, T., Chen, S., & Li, J. (2022). One-pot synthesis of MnFe₂O₄ functionalized magnetic biochar by the sol-gel pyrolysis method for diclofenac sodium removal. *Journal of Cleaner Production*, 381, 135210.
- Zhang, J., Cao, Y., Zhao, P., Xie, T., Lin, Y., & Mu, Z. (2020). Visible-light-driven pollutants degradation with carbon quantum dots/N-TiO₂ under mild condition: Facile preparation, dramatic performance and deep mechanism insight. *Physicochemical and Engineering Aspects*, 125019.
- Zhang, X., Saravanakumar, K., Sathiyaseelan, A., Lu, Y., & Wang, M. H. (2023). Adsorption of methyl orange dye by SiO₂ mesoporous nanoparticles: adsorption kinetics and eco-toxicity assessment in Zea mays sprout and Artemia salina. *Environmental Science and Pollution REsearch*, 1-11.
- Zhang, Y., Liu, N., Yang, Y., Li, J., Wang, S., Lv, J., & Tang, R. (2020). Novel carbothermal synthesis of Fe, N co-doped oak wood biochar (Fe/N-OB) for fast and effective Cr (VI) removal. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 600, 124926.

- Zhao, M., Ji, D., & Wu, G. (2024). Sludge-based activated carbon experiment design, char properties, and evaluation of methyl orange adsorption. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 1-12.
- Zhou, W., Ding, Y., Gao, J., Kou, K., & Wang, Y. (2018). Green electrochemical modification of RVC foam electrode and improved H₂O₂ electrogeneration by applying pulsed current for pollutant removal. *Environmental Science and Pollution Research*, 6015-6025.
- Zhu, B., Xia, P., Ho, W., & Yu, J. (2015). Isoelectric point and adsorption activity of porous g-C₃N₄. *Applied Surface Science*, 188-195.

Apéndice A: Métodos de descontaminación de aguas residuales**Tabla 1***Comparación de los métodos más utilizados en el tratamiento de aguas residuales.*

Mecanismo	Proceso	Características principales	Ventajas	Desventajas
Físicos	Precipitación química, coagulación/floculación, filtración, adsorción. Transferencia de masas, intercambio iónico. Separación por membrana.	Captación de los contaminantes y separación de los productos formados.	Económicamente viable y eficiente, muy eficiente para la eliminación de metales y fluoruros, selectivo para metales.	Consumo de químicos (cal, H ₂ S, oxidantes, etc.), ineficaz en la remoción de los iones metálicos a baja concentración, problemas de manejo y disposición (manejo, tratamiento, costo)
Químicos	Oxidación avanzada, tratamientos con reductores. solventes, intercambio iónico, oxidación térmica, catálisis, electroquímica, fotólisis.	Uso de oxidantes o reductores.	Tratamiento eficiente para la eliminación de fármacos y colorantes, alto rendimiento, proceso	Eficiencia para fuertemente influenciada por el tipo de oxidante, alto pretratamiento indispensable, productos químicos necesarios, algunos

fisicoquímico colorantes son más
integrado. resistentes al
tratamiento.

Métodos Biorreactores biológicos Uso de cultivos La aplicación de Se necesita un
biológicos de lodos activados biológicos (puros o microorganismos ambiente
(BAS), tratamientos mixtos) para la óptimamente
microbiológicos. biodegradación de favorable, requiere
contaminantes manejo y
orgánicos es mantenimiento de
simple, los
económicamente microorganismos
atractiva y bien y/o pretratamiento
aceptada por el fisicoquímico.
público. Gran Proceso lento
número de (problemas de
especies utilizadas. cinética).

Apéndice B: Comparación de Estudios de Remoción de Contaminantes de Aguas Mediante el Uso de Compuestos C/TiO₂.

Tabla 1

Ventajas y desventajas de algunos materiales C/TiO₂ reportados en la literatura.

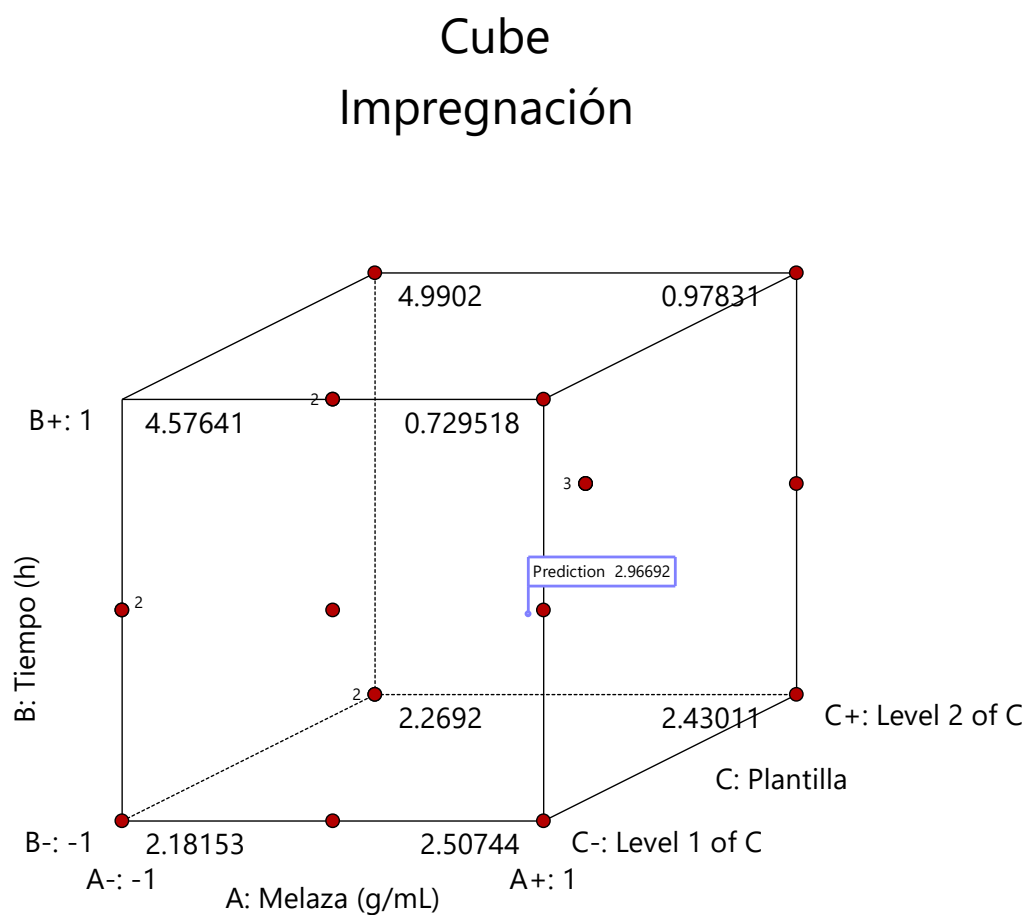
Compuesto	Síntesis	Contribución	Ventajas	Desventajas	Autor y fecha
C/TiO ₂	Se sintetizó CA/TiO ₂ depositando dos tamaños diferentes de TiO ₂ . TS representa el tamaño pequeño y TB el tamaño grande del TiO ₂ .	Degradación fotocatalítica del colorante N-3 rutelio, con una capacidad de adsorción de 523 mg/g, después de 180 min de tratamiento.	Se determinó que el complejo AC/TiO ₂ mejora la actividad fotocatalítica del TiO ₂ y que la descontaminación del colorante N-3 es más eficiente en luz UV que en la oscuridad. La mayor adsorción fue alcanzada por el CA/TB. Los autores sugieren que la degradación del colorante se debe a que en la superficie del TiO ₂ ocurren reacciones de óxido-reducción y que el CO ₂ producido favorece la formación de productos de anillo abierto que contribuyen a una disminución del tamaño molecular de la molécula de colorante aumentando la porción de moléculas de N-3 con caracteres menos hidrofóbicos y aromáticos que permiten su degradación.	Alto costo y difícil síntesis a escala industrial.	Zain et al, (2021).
C/ TiO ₂	Se sintetizó TiO ₂ /CA mediante una preparación sol-gel con tratamiento hidrotermal para remoción de Cr(VI).	Las actividades de adsorción-fotocatálisis se evaluaron mediante la eliminación de Cr(VI) en solución acuosa. La remoción del contaminante fue del 95% en 180 min. El material soportó cinco reúsos consecutivos.	Los autores reportaron una gran capacidad de adsorción para Cr(VI) a través de interacciones electrostáticas, coordinativas y de enlaces de hidrógeno. También se reportó un aumento en la actividad fotocatalítica del TiO ₂ /AC, comparada con el TiO ₂ que se atribuyó principalmente a que la adsorción del CA favoreció la migración del Cr(VI) hacia el TiO ₂ . Lo cual promovió un contacto íntimo entre AC y TiO ₂ a través de heterouniones por medio de la formación de enlaces C-O-Ti.	El proceso toma mucho tiempo comparado con otras investigaciones 180 min luz UV	Fu et al., (2015).

C/ TiO ₂	Se sintetizó Remoción de NM a Los autores demostraron que dado el El porcentaje de Bo et al., TiO ₂ /MC. El través de un efecto tamaño de partícula del TiO ₂ en fase remoción es (2013). carbón sinérgico de anatasa, este se podía incorporar en el inferior a otros mesoporoso-MC se adsorción y material mesoporoso, mejorando la materiales obtuvo utilizando el degradación actividad fotocatalítica para la adsorbentes, que método de plantilla, fotocatalítica bajo descontaminación del NM, pero alcanzan hasta el mediante la mezcla irradiación UV. Se disminuyendo la capacidad de adsorción del 99% de remoción de sílice coloidal alcanzó un 89% de MC. Los autores demostraron que se de NM. con Resorcinol-R y degradación de NM favoreció principalmente la fotocatalisis, formaldehído-F. El en 75 min. porque al disminuir el porcentaje del TiO ₂ se obtuvo por fotocatalizador disminuía método sol-gel. proporcionalmente la adsorción del colorante.
CVR/ TiO ₂	Se depositaron Degradación de azul Se demostró que el uso de ácido Nítrico en Agrietamiento y Zaidi et al., nanotubos de TiO ₂ de metileno BM por la síntesis de CVR/ TiNT mejora la delaminación (2020) (TiNT) sobre la fotocatalisis. Se presencia de grupos funcionales en el superficial de los superficie de un reportó la remoción material, también la presencia del ácido TiTN. CVR de 100 poros del 91% en una aumenta la relación I _D /I _G lo que desplaza su por pulgada (ppi). concentración de característica amorfa hacia la grafitica, lo El CVR se obtuvo 1,29×10 ⁻⁶ mol/dm ³ que determina una mayor fotoactividad en comercialmente al después de 20 min. los TiNT que favorece la degradación del igual que el TiO ₂ . MB.

Apéndice C: Método de Superficie de Respuesta (RSM) y Diseño Box-Behnken (BBD)

Figura 1

Representación de Diseño Box-Behnken. Obtenido de la matriz de datos experimental planteada en esta investigación.



Nota: Este esquema fue obtenido mediante Design-Expert software 13.0.0, Stat-Ease 360.

Tabla 1

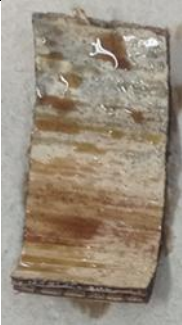
Matriz de experimentación obtenida a través del Diseño de Box-Behnken (BBD).

Run	Factor 1 A:Melaza g/mL	Factor 2 B:Tiempo h	Factor 3 C:Plantilla	Response 1 Impregnación
1	-1	-1	Level 2 of C	2
2	-1	1	Level 2 of C	5
3	0	0	Level 2 of C	3
4	1	1	Level 1 of C	1
5	0	1	Level 1 of C	3
6	-1	-1	Level 1 of C	2
7	1	0	Level 2 of C	1.5
8	0	1	Level 1 of C	3
9	0	0	Level 2 of C	3
10	-1	0	Level 1 of C	3.5
11	1	1	Level 2 of C	1
12	-1	-1	Level 2 of C	2.5
13	0	0	Level 2 of C	3.3
14	-1	0	Level 1 of C	3.3
15	0	0	Level 1 of C	3
16	0	-1	Level 1 of C	3
17	1	-1	Level 1 of C	2.5
18	1	-1	Level 2 of C	2.5
19	1	0	Level 1 of C	1.3

Nota: El orden y factores y niveles de los experimentos fueron obtenidos mediante BBD analizados Design-Expert software 13.0.0, Stat-Ease 360. La respuesta de impregnación fue obtenida mediante experimentación real.

Tabla 2

Algunos resultados experimentales de impregnación de plantillas de pseudotallo (CC) variando las concentraciones de melaza, tiempo de tratamiento térmico y plantilla de sacrificio.

Plantilla Impregnada	Concentración de Melaza (g/mL)	Tiempo de tratamiento Térmico (h)	Valoración (1-5)
	0.2	24	2 (impregnación menor al 25%)
	0.2	36	3.3 (impregnación del 50%)
	0.2	40	5 (impregnación uniforme del 100%)
	0.4	24	3 (impregnación del 50%)



0.4

36

3 (impregnación
del 50%)

0.4

40

3 (impregnación
del 50%)

0.8

24

2.5
(impregnación
menor al 25%)

0.8

36

1.3
(impregnación
menor al 25%)

0.8

40

1 (impregnación
menor al 25%)

Apéndice D: Análisis de Composición Mediante Mapeo FESEM-EDS. Realizados a las Espumas CVR y CVR/N-TiO₂ Sintetizadas a Partir de Pseudotallo de banano y Melaza

Figura 1

Resultados de mapeo de las espumas CVR sintetizadas con resina de sacarosa a partir de melaza.

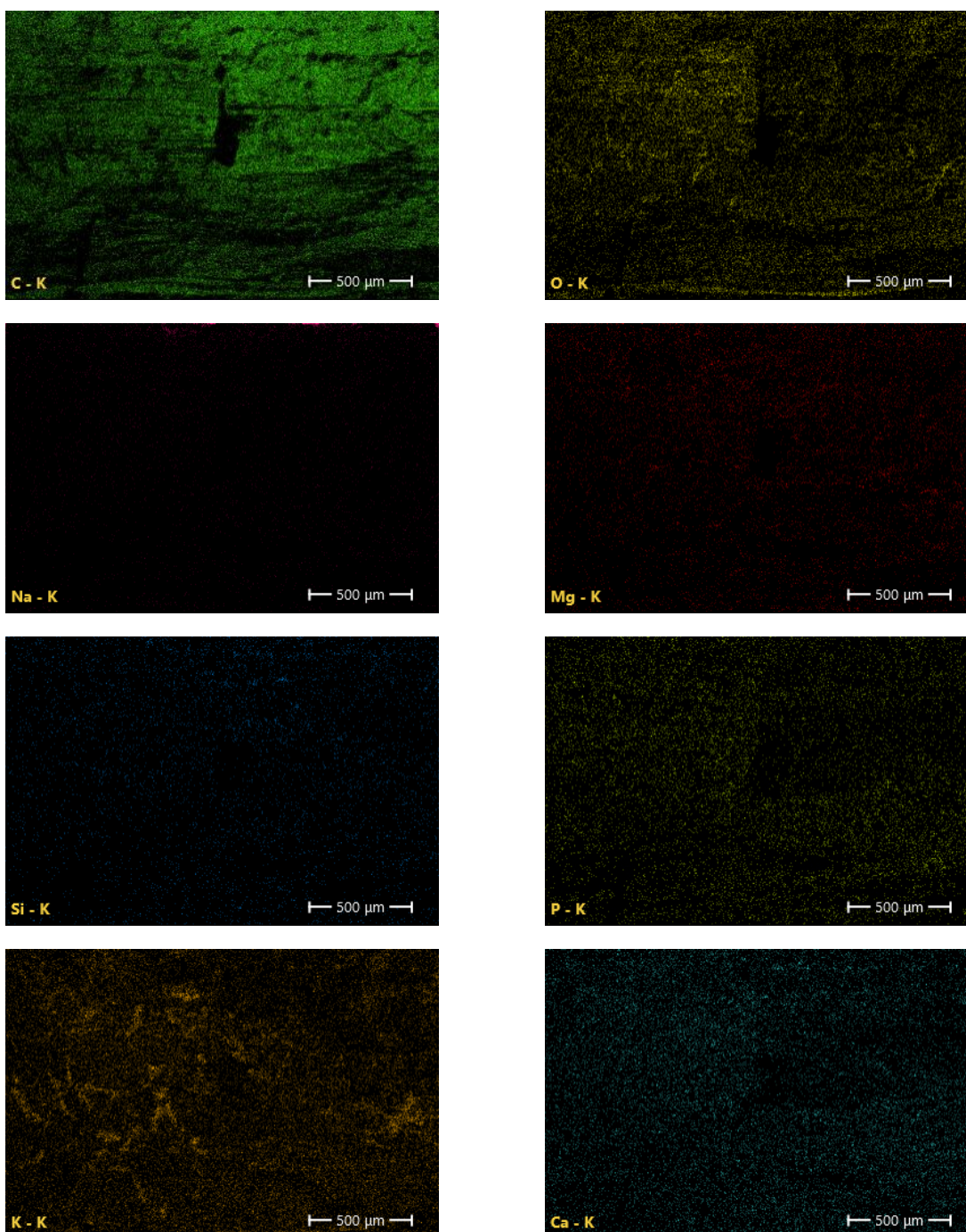
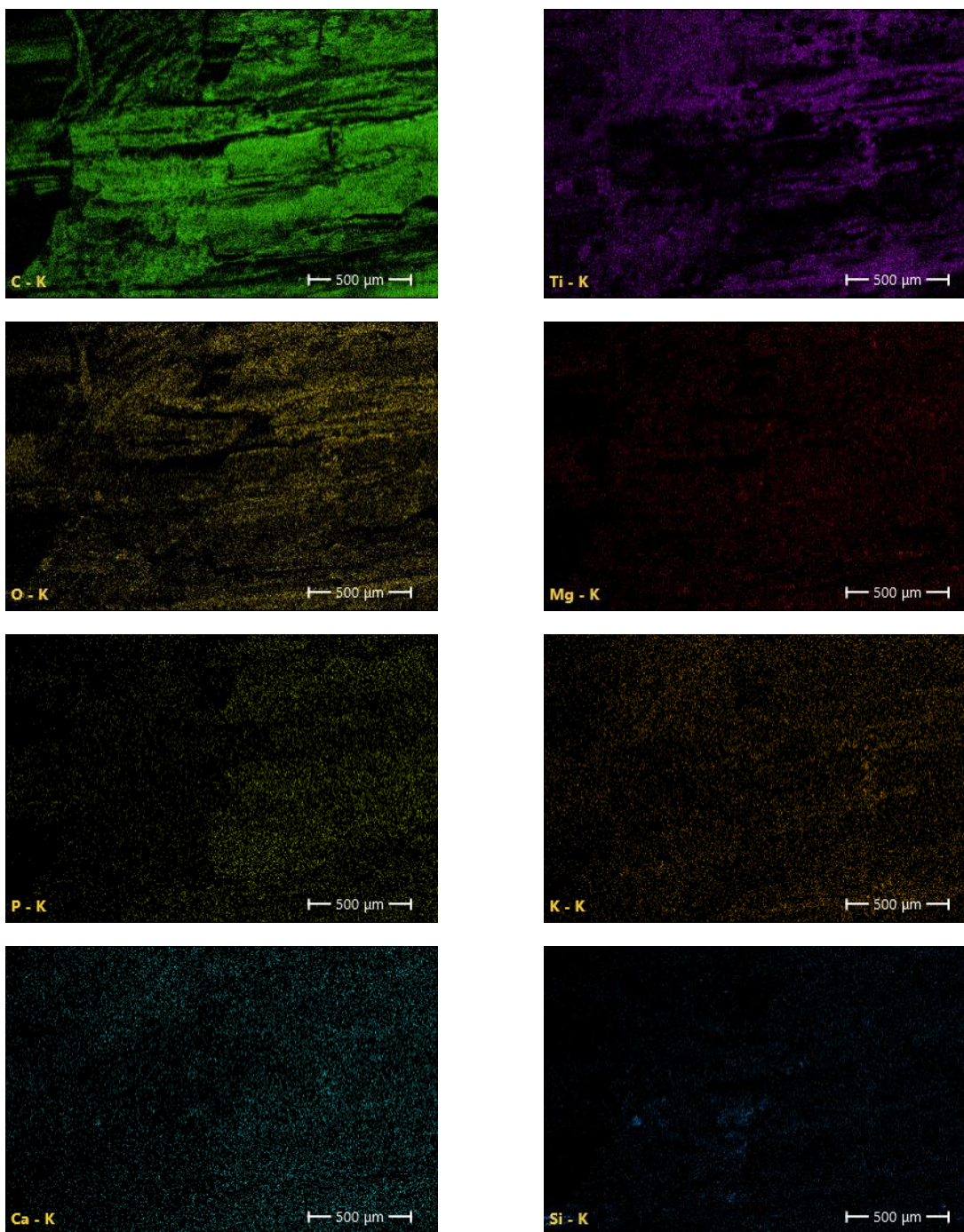


Figura 2

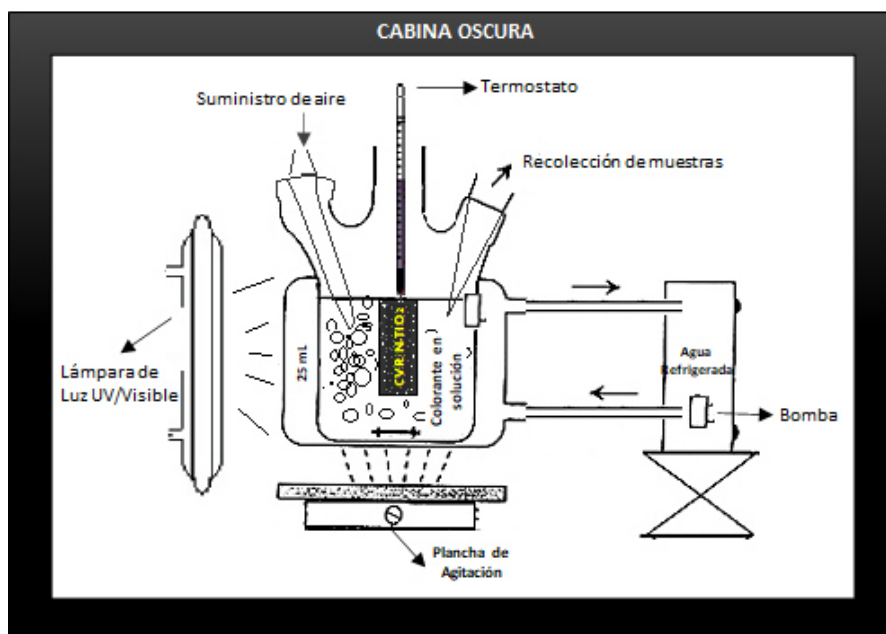
Resultados de mapeo de las espumas CVR/N-TiO₂ sintetizadas a partir de pseudotallo de melaza y resina de sacarosa a partir de melaza.



Apéndice E: Representación Esquemática de la celda Fotocatalítica para los Análisis de Adsorción/Fotocatálisis/Desorción

Figura 1

Ilustración del reactor fotocatalítico.



La celda estuvo compuesta por un reactor de chaqueta termostática de 25 mL, que contuvo la solución de cada colorante, en la solución se sumergió las espumas de CVR y CVR/N-TiO₂ sometidas a los procesos de adsorción y fotocátalisis. A través de la chaqueta se hizo circular agua refrigerada con el fin de mantener la temperatura del sistema a 25°C. El reactor contó con una entrada de burbujeo aire y una salida de aislamiento de las alícuotas de análisis. La solución de cada colorante permaneció en agitación magnética constante. Para el proceso de fotocátalisis se activó una lámpara de halogenuro UV-Block Philips MHN-TO 150W/842, que estuvo dispuesta a 5 cm del reactor, irradiando el sistema por el tiempo planteado en cada proceso fotocatalítico. El sistema permaneció en una cabina oscura en cada uno de los procesos de adsorción/fotocatálisis/desorción.