



**INSTITUTO POTOSINO DE INVESTIGACIÓN  
CIENTÍFICA Y TECNOLÓGICA, A.C.**

**POSGRADO EN NANOCIENCIAS Y MATERIALES**

**Aplicación de montmorillonita sódica como  
absorbente para la remoción de metronidazol  
disuelto en agua**

Tesis que presenta

Angela Monserrat Carrillo García

Para obtener el grado de

**Maestro(a) en Nanociencias y Materiales**

**Director (Codirectores) de la Tesis:**

**Dr. Armando Encinas Oropesa**

**Dra. Elizabeth Alvarado Gómez**

San Luis Potosí, S.L.P., junio 2026



## **Constancia de aprobación de la tesis**

La tesis “Aplicación de montmorillonita sódica como absorbente para la remoción de metronidazol disuelto en agua” presentada para obtener el Grado de Maestra en Nanociencias y Materiales fue elaborada por Angela Monserrat Carrillo García y aprobada el 30 de junio de 2026 por los suscritos, designados por el Colegio de Profesores de la División de Materiales Avanzados del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C.

---

**Dr. Armando Encinas Oropesa / Dra. Elizabeth Alvarado Gómez**  
Director/Codirector de la tesis

---

**Dra. Selene Concepción Acosta Morales**  
Miembro del Comité Tutorial

---

**Dr. Vladimir Alonso Escobar Barrios**  
Miembro del Comité Tutorial



## **Créditos Institucionales**

Esta tesis fue elaborada en el Laboratorio de Materiales Magneto Activos de la División de Materiales Avanzados del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C., bajo la dirección del Dr. Armando Encinas y la Dra. Elizabeth Alvarado.

Durante la realización del trabajo la autora recibió una beca académica del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (4024833) y del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A. C.

Página en Blanco que se va a utilizar para colocar la copia del acta de examen.

## **Dedicatoria**

A mi madre

Por ser mi pilar fundamental, mi guía constante y mi fuente inagotable de amor. Gracias por tu apoyo incondicional a lo largo de mi vida, por creer en mí incluso cuando yo dudaba, y por enseñarme que con perseverancia todo es posible. A ti dedico este fruto de mi esfuerzo, como un testimonio de eterna gratitud.

A mi familia y amigos por su apoyo incondicional.

## Agradecimientos

A mi asesor, el **Dr. Armando Encinas Oropesa** y la **Dra. Elizabeth Alvarado Gómez**, por su invaluable dirección, por compartir su experiencia científica y por el apoyo fundamental brindado para la culminación de este proyecto.

A los miembros del comité tutorial, la Dra. Selene Acosta y el Dr. Vladimir Alonso Escobar Barrios, por su constante seguimiento, su disposición al diálogo y la revisión crítica que enriqueció el desarrollo de esta tesis.

Al Laboratorio de Investigación en Nanociencias y Nanotecnología (LINAN), por el acceso a su infraestructura técnica y el valioso apoyo en los análisis de SEM y DRX, de manera especial a la Mtra. Beatriz Adriana Rivera Escoto y al Dr. Ignacio Becerril Juárez.

Mi sincero agradecimiento a la Dra. Brenda Jeanneth Acosta Ruelas de CIACyT, por el préstamo de los equipos de UV-Vis y fisisorción N<sub>2</sub> dentro del laboratorio de conversión de biomasa CIACyT-UASLP, al Laboratorio Nacional de Análisis Físicos, Químicos y Biológicos CIACyT-UASLP por el uso del FTIR y a la Dra. Selene Concepción Acosta Morales IPICyT, por otorgarnos las facilidades en el laboratorio de Nanoestructuras funcionales y sensores avanzados, además del uso del UV-Vis, a la Dra. Verónica Pérez Luna por su apoyo técnico en el uso del TEM, CICSaB-UASLP.

De igual manera, agradezco a la Dra. Selene Velázquez Moreno por permitirnos el acceso a la incubadora de anaerobiosis de la Facultad de Estomatología-UASLP, a la Dra. Daniela Joyce Trujillo Silva, por otorgarnos el acceso y uso de la autoclave en el laboratorio de Biotecnología de productos naturales y al Dr. Vladimir Alonso Escobar Barrios IPICyT por su orientación y el uso de equipos del Laboratorio de Polímeros.

# Contenido

|                                                                        |      |
|------------------------------------------------------------------------|------|
| Constancia de aprobación de la tesis.....                              | ii   |
| Créditos Institucionales .....                                         | iii  |
| Acta.....                                                              | iv   |
| Dedicatoria.....                                                       | v    |
| Agradecimientos.....                                                   | vi   |
| Abreviaturas .....                                                     | xi   |
| Resumen .....                                                          | xii  |
| Abstract.....                                                          | xiii |
| <br>                                                                   |      |
| 1. Introducción.....                                                   | 1    |
| 2. Marco teórico.....                                                  | 3    |
| 2.1 Montmorillonita: estructura y propiedades .....                    | 3    |
| 2.2 Exfoliación .....                                                  | 3    |
| 2.2.1 Estrategias de exfoliación de la montmorillonita .....           | 4    |
| 2.2.1.1 Exfoliación mecánica por alto cizallamiento.....               | 4    |
| 2.2.1.2 Exfoliación química e intercalación .....                      | 4    |
| 2.2.1.3 Exfoliación en fase líquida .....                              | 5    |
| 2.2.1.4 Intercalación.....                                             | 5    |
| 2.3 Absorción.....                                                     | 6    |
| 2.3.1 Tipos de absorción.....                                          | 6    |
| 2.3.2 Mecanismos de absorción .....                                    | 6    |
| 2.3.3 Desorción.....                                                   | 6    |
| 2.3.4 Materiales adsorbentes destacados .....                          | 7    |
| 2.4 Metronidazol .....                                                 | 7    |
| 2.4.1 Antecedentes del Metronidazol e Implicaciones para la salud..... | 8    |
| 2.5 Degradación foto-Fenton .....                                      | 9    |
| 2.5.1 Degradación foto-Fenton en metronidazol .....                    | 9    |
| 2.6 Potencial Z.....                                                   | 10   |
| 2.6.1 Factores que afectan la potencial zeta en arcillas .....         | 10   |
| 2.7 Fisisorción.....                                                   | 11   |
| 3. Estado del arte .....                                               | 12   |
| 3.1 Contaminantes emergentes en agua.....                              | 12   |
| 3.2 Aplicación de la MMT para la remoción de MTZ.....                  | 13   |
| 4. Justificación.....                                                  | 15   |
| 5. Hipótesis.....                                                      | 17   |
| 6. Objetivo .....                                                      | 17   |
| 6.1 General .....                                                      | 17   |
| 6.2 Específicos: .....                                                 | 17   |

|                                                                                                |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 7. Materiales y métodos .....                                                                  | 18 |
| 7.1 Materiales .....                                                                           | 18 |
| 7.2 Exfoliación de arcilla .....                                                               | 18 |
| 7.3 Morfología.....                                                                            | 19 |
| 7.4 Estructura cristalina de la MMT.....                                                       | 19 |
| 7.5 Análisis de carga superficial .....                                                        | 19 |
| 7.6 Fisisorción de N <sub>2</sub> .....                                                        | 20 |
| 7.7 Espectrofotometría UV-vis .....                                                            | 20 |
| 7.8 Espectrofotometría infrarroja por transformada de Fourier .....                            | 20 |
| 7.9 Preparación Stock del MTZ .....                                                            | 20 |
| 7.10 Curvas de calibración de MTZ y MMT .....                                                  | 21 |
| 7.11 Pruebas de absorción .....                                                                | 21 |
| 7.11.1 Ensayos de absorción <i>in situ</i> .....                                               | 21 |
| 7.11.2 Ensayos de absorción <i>ex situ</i> .....                                               | 22 |
| 7.12 Ciclos de absorción y desorción .....                                                     | 23 |
| 7.13 Degradación foto-Fenton de metronidazol.....                                              | 23 |
| 7.14 Demostración de la fotodegradación .....                                                  | 24 |
| 7.14.1 Determinación de la concentración mínima inhibitoria.....                               | 24 |
| 7.14.2 Determinación de la concentración mínima bactericida.....                               | 24 |
| 8. Resultados .....                                                                            | 26 |
| 8.1 Caracterización de la arcilla.....                                                         | 26 |
| 8.1.1 Análisis Morfológico SEM .....                                                           | 26 |
| 8.1.2 Análisis Morfológico TEM de la MMT exfoliada .....                                       | 27 |
| 8.1.2.1 Distribución de tamaño de láminas de la MMT exfoliada.....                             | 30 |
| 8.2 Difracción de Rayos X .....                                                                | 31 |
| 8.3 Análisis de carga superficial .....                                                        | 32 |
| 8.4 Fisisorción con N <sub>2</sub> .....                                                       | 33 |
| 8.5 Curvas de calibración .....                                                                | 36 |
| 8.5.1 Curva de calibración de la MMT .....                                                     | 36 |
| 8.5.2 Curva de calibración de la MTZ .....                                                     | 36 |
| 8.6. Pruebas de absorción .....                                                                | 37 |
| 8.6.1 Absorción de MTZ en MMT <i>in situ</i> .....                                             | 37 |
| 8.6.2 Absorción de MTZ en MMT <i>ex situ</i> .....                                             | 38 |
| 8.6.2.1 Pruebas con nanohojas en suspensión .....                                              | 39 |
| 8.6.2.2 Influencia de la centrifugación y el estado de exfoliación en la remoción de MTZ ..... | 40 |
| 8.7 Ciclos de absorción y desorción .....                                                      | 40 |
| 8.8 Degradación foto-Fenton de MTZ.....                                                        | 43 |
| 8.9 Demostración de la fotodegradación .....                                                   | 44 |
| 8.9.1 Determinación de la Concentración Mínima Inhibitoria.....                                | 44 |
| 8.9.2 Determinación de la Concentración Mínima Bactericida (CMB) .....                         | 46 |

|                                      |    |
|--------------------------------------|----|
| 9. Conclusiones.....                 | 47 |
| 10. Perspectivas a futuro.....       | 48 |
| 11. Referencias bibliográficas ..... | 49 |
| 12. Anexos.....                      | 67 |

## Anexos

|                                                          |    |
|----------------------------------------------------------|----|
| 1.1 FTIR del comprimido de MTZ .....                     | 67 |
| 1.2 Comparación de MTZ degradado y sin degradar<br>..... | 68 |
| 1.3 Derivada de FTIR de MTZ disuelto.....                | 69 |

## Abreviaturas

|               |                                                           |
|---------------|-----------------------------------------------------------|
| <b>B30</b>    | Muestra exfoliada con baño ultrasónico                    |
| <b>BET</b>    | Método Brunauer-Emmett-Teller                             |
| <b>BJH</b>    | Método Barrett-Joyner-Halenda                             |
| <b>CMB</b>    | Concentración mínima bactericida                          |
| <b>CMI</b>    | Concentración mínima inhibitoria                          |
| <b>DRX</b>    | Difracción de Rayos X                                     |
| <b>EDS</b>    | Espectroscopía de rayos X de energía dispersiva           |
| <b>FTIR</b>   | espectrofotometría infrarroja por transformada de Fourier |
| <b>MMT</b>    | Montmorillonita de sodio                                  |
| <b>MTZ</b>    | Metronidazol                                              |
| <b>PES</b>    | Polietersulfona                                           |
| <b>P30</b>    | Muestra exfoliada con punta ultrasónica                   |
| <b>SEM</b>    | Microscopia electrónica de barrido                        |
| <b>TEM</b>    | Microscopia electrónica de transmisión                    |
| <b>UV-Vis</b> | Espectroscopía ultravioleta visible                       |

## Resumen

La contaminación de los cuerpos de agua por contaminantes emergentes como el metronidazol, un antibiótico y antiparasitario de venta libre, representa un grave problema ambiental debido a su persistencia y potencial riesgo para la salud y el medio ambiente; lo que pone de manifiesto la necesidad de estudiar y proponer materiales y técnicas para removerlo eficientemente del agua. Debido a lo anterior, en este trabajo se evaluó la capacidad de montmorillonita sódica, una arcilla abundante en México, como material adsorbente para la remoción de metronidazol en solución acuosa.

Se llevó a cabo la exfoliación de la arcilla por dos técnicas de ultrasonido, obteniendo un mayor rendimiento de material con la técnica por baño ultrasónico. Se compararon las características fisicoquímicas de arcilla exfoliada y sin exfoliar observando que para ambas arcillas prevalece una carga negativa a diferentes valores de pH, incrementado su valor negativo a pH 2. Por fisisorción se demostró que la montmorillonita sin tratar tiene el triple de área superficial que la exfoliada.

Posteriormente, se contrastó el desempeño de la montmorillonita en su estado natural con el exfoliado para remover metronidazol, obteniendo valores de capacidad de absorción de  $21.9 \pm 7.5\%$  y de  $8.2 \pm 1.4\%$  para la arcilla sin tratamiento frente a la arcilla exfoliada después de 24 h de exposición respectivamente, bajo las condiciones experimentales establecidas.

Mediante pruebas de absorción-desorción, y tomando en cuenta los cambios de carga a pH 2 y 10, se determinó que el mecanismo de absorción que se lleva a cabo entre la montmorillonita y el metronidazol es mediante fuerzas electrostáticas; demostrando además la viabilidad de reutilizar la arcilla a través de ciclos consecutivos de absorción y desorción.

Finalmente, con el propósito de dar una disposición final y segura al contaminante removido, el metronidazol concentrado se sometió a un proceso de degradación mediante la reacción foto-Fenton solar. Este tratamiento permitió obtener un efluente sin actividad antibacteriana y libre de nuevos subproductos detectables por espectroscopía UV-Vis; lo que sugiere su baja toxicidad para el medio ambiente y el ser humano.

Con esta investigación se desarrolló un proceso integral y sustentable que combina la retención eficiente, la regeneración del material y la fotodegradación del fármaco contaminante.

Palabras clave: contaminantes emergentes, arcilla, exfoliación, antibiótico, absorción, fotodegradación.

## Abstract

The contamination of water bodies by emerging pollutants such as metronidazole, an over-the-counter antibiotic and antiparasitic drug, poses a serious environmental problem due to its persistence and potential risks to human health and the environment; this highlights the need to study and propose materials and techniques for its efficient removal from water. Consequently, this study evaluated the capacity of sodium montmorillonite, a clay abundant in Mexico, as an adsorbent material for the removal of metronidazole from aqueous solution.

The clay was exfoliated using two ultrasound techniques, with the ultrasonic bath technique yielding a higher material yield. The physicochemical characteristics of exfoliated and unexfoliated clay were compared, revealing that a negative charge prevails in both clays at different pH levels, with the negative value increasing at pH 2. Physisorption analysis demonstrated that untreated montmorillonite has three times the surface area of the exfoliated clay.

Subsequently, the performance of montmorillonite in its natural state was compared with that of exfoliated montmorillonite for the removal of metronidazole, yielding absorption capacity values of  $21.9 \pm 7.5\%$  and  $8.2 \pm 1.4\%$  for untreated clay versus exfoliated clay, respectively, after 24 h of exposure under the established experimental conditions.

Through adsorption-desorption tests, and taking into account changes in charge at pH 2 and 10, it was determined that the adsorption mechanism between montmorillonite and metronidazole occurs via electrostatic forces; this also demonstrated the feasibility of reusing the clay through consecutive cycles of adsorption and desorption.

Finally, to ensure safe and final disposal of the removed contaminant, the concentrated metronidazole underwent a degradation process via the solar photo-Fenton reaction. This treatment yielded an effluent with no antibacterial activity and free of new byproducts detectable by UV-Vis spectroscopy, suggesting low toxicity to the environment and humans.

This research led to the development of a comprehensive and sustainable process that combines efficient retention, material regeneration, and photodegradation of the contaminating drug.

**Keywords:** emerging contaminants, clay, exfoliation, antibiotic, adsorption, photodegradation.

# 1. Introducción

La problemática ambiental asociada con la contaminación del agua por compuestos de origen antropogénico demanda una atención prioritaria, debido a su impacto en la salud humana, los ecosistemas y la disponibilidad de este recurso. Actualmente, esta situación constituye uno de los principales retos ambientales a nivel global. La urbanización, el crecimiento poblacional, actividades industriales y agrícolas generan una liberación continua de diversos compuestos hacia cuerpos de agua superficiales y subterráneos, en estos sistemas se ha reportado presencia de diversos contaminantes como metales pesados: arsénico, cadmio, cromo, mercurio y plomo (Ramírez et al., 2025); hidrocarburos incluyendo aceites crudos y gas natural (Fattorini, 2025) así como colorantes industriales como rojo ácido 27, rodamina, verde malaquita (Teh et al., 2016), no obstante, además de los contaminantes tradicionalmente estudiados, en los últimos años se ha identificado la presencia de una nueva categoría de sustancias químicas en los cuerpos de agua, conocidos como contaminantes emergentes.

La presencia de contaminantes emergentes en fuentes de agua superficial y subterránea se ha convertido en una de las principales preocupaciones ambientales (Jadav y Yadav, 2025). Entre ellos, los fármacos destacan por su uso extendido, su persistencia, su capacidad de generar efectos ecotóxicos a bajas concentraciones y su detección recurrente en aguas residuales, ríos y pozos utilizados para abastecimiento humano (Acuña et al., 2025). En México, diversos estudios han reportado la presencia de antibióticos y medicamentos de venta libre en concentraciones del orden de ng/L a µg/L, evidenciando la limitada capacidad de las plantas de tratamiento convencionales para remover estas sustancias (Aguilar et al., 2023).

Entre los fármacos que son detectados con mayor frecuencia se encuentran el metronidazol (MTZ), un medicamento de venta libre cuyo consumo extendido hace que aparezca de manera recurrente en controles de calidad de agua (Aguilar et al., 2023). La eliminación eficiente de este tipo de compuestos sigue siendo un desafío, ya que presentan estructuras químicas estables, resistencia a biodegradación y comportamiento ácido-base que dificulta su remoción en condiciones ambientales típicas

Algunos métodos convencionales utilizados en el tratamiento de agua incluyen la coagulación y floculación, los cuales son ampliamente empleados en el tratamiento de aguas industriales debido a su simplicidad y efectividad; sin embargo, estos procesos generan lodos tóxicos y resultan inefficientes para la remoción de metales y contaminantes emergentes (Teh et al., 2016). De manera similar, la sedimentación y la filtración son técnicas energéticamente eficientes en plantas de tratamiento, pero presentan limitaciones en la eliminación de microplásticos y fármacos (Grzegorzek et al., 2023).

Por otro lado, las tecnologías avanzadas, como la filtración por membranas incluyendo ósmosis inversa, nanofiltración y ultrafiltración, han demostrado ser eficaces para la eliminación de una amplia gama de contaminantes, entre ellos microorganismos, compuestos orgánicos y iones inorgánicos. En particular, la ósmosis inversa es especialmente útil para la desalinización de agua de mar y agua salobre, debido a su alta eficiencia de separación (Selvakumar, 2025).

Otra opción interesante para tratar de remover estos contaminantes es mediante absorbentes minerales, como las arcillas; particularmente la montmorillonita (MMT) sódica, un aluminosilicato con alta capacidad de intercambio catiónico, estructura laminar y carga superficial negativa permanente. Siendo además un material de bajo costo y amplia disponibilidad (Mecelti y Grekov, 2026). Diversos estudios han mostrado que es un material con potencial para remover compuestos orgánicos ionizables mediante mecanismos de intercambio iónico y absorción en sitios específicos de borde (Mecelti y Grekov, 2026).

Adicionalmente, la MMT puede emplearse en diferentes formas, ya sea como polvo micrométrico o como material exfoliado mediante ultrasonido, proceso que puede aumentar el área superficial, reducir limitaciones difusionales y potencialmente mejorar la cinética de adsorción. No obstante, la influencia real de la exfoliación en la remoción de fármacos no está suficientemente documentada y requiere ser evaluada de manera sistemática (Bai et al., 2019).

Por estos motivos, surge la necesidad de determinar en qué medida la MMT, en forma de polvo o exfoliada, es capaz de remover fármacos contaminantes en agua, y en qué condiciones funciona de manera más eficiente. La identificación del contaminante modelo y de las condiciones óptimas (como el pH) permitirá no solo comprender los mecanismos involucrados, sino también establecer el potencial real de la MMT como absorbente accesible para procesos de tratamiento de agua.

## **2. Marco teórico**

### **2.1 Montmorillonita: estructura y propiedades**

La MMT es un mineral arcilloso natural perteneciente al grupo de las esmectitas, dentro de los filosilicatos. Se caracteriza por una estructura laminar 2:1, también conocida como arquitectura tetraédrica – octaédrica – tetraédrica. Esta estructura consiste en una lámina octaédrica de aluminio intercalada entre dos láminas tetraédricas de silicio Si. Cada capa individual tiene un espesor de 1 nm, las capas se mantienen unidas por fuerzas de Van der Waals y cationes interlaminares (Wang et al., 2016).

Otra característica de esta arcilla es que la carga negativa de la MMT surge de la sustitución isomórfica donde los cationes de mayor valencia ( $\text{Al}^{3+}$ ) son remplazados por cationes de menor valencia (por ejemplo,  $\text{Mg}^{2+}$ ) en las láminas octaédricas o tetraédricas. Esta sustitución crea una carga permanente negativa, que se equilibra con cationes interlaminares intercambiables como el  $\text{Na}^+$ , además tiene una alta capacidad de intercambio catiónico debido a sus capas cargadas negativamente que atraen a los cationes a los espacios interlaminares (Pier Macuvele et al., 2020).

Finalmente una de las propiedades más notables es su capacidad de hinchamiento, que se debe a la hidratación de los cationes interlaminares ya que cuando las moléculas de agua hidratan los cationes interlaminares el espaciado basal aumenta provocando hinchazón, lo que hace que esta arcilla sea idónea para atrapar sustancias, este comportamiento está influenciado por factores como el contenido de agua, la temperatura, y el tipo de cationes interlaminares (Subramanian et al., 2020).

### **2.2 Exfoliación**

Se refiere al proceso de separar materiales estratificados en láminas más delgadas, a menudo de una o pocas capas atómicas, para producir materiales bidimensionales, esto permite la transformación de materiales a granel en nanoláminas con propiedades únicas que difieren de sus contrapartes a granel (Velicky et al., 2019). Una característica clave para este proceso es que el material debe tener una estructura en capas, donde coexisten fuertes enlaces químicos en el plano con interacciones débiles fuera del plano como fuerzas de Van der Waals o interacciones electrostáticas (Mizuguchi et al., 2020).

### **2.2.1 Estrategias de exfoliación de la montmorillonita**

La eficiencia de la MMT como absorbente de contaminantes emergentes depende estrechamente de su estado estructural. Mientras que la arcilla no tratada (natural) presenta una estructura de láminas apiladas rígidamente por cationes inorgánicos  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ , (Akpotu et al., 2023) por otro lado la exfoliada representa una evolución tecnológica diseñada para maximizar la superficie de contacto con el contaminante (Abdikamalova et al., 2023), a continuación se presentan algunas estrategias de exfoliación.

#### **2.2.1.1 Exfoliación mecánica por alto cizallamiento**

Este método emplea fuerzas mecánicas intensas, tales como cizallamiento elevado, molienda de alta energía o irradiación ultrasónica, con el objetivo de vencer las fuerzas atractivas interlaminares y separar las capas constituyentes de la MMT. Se ha demostrado que la exfoliación en fase líquida mediante alto cizallamiento es una estrategia eficiente para la obtención de nanohojas de MMT (Zhu et al., 2019). Este tratamiento favorece una adecuada alineación y una óptima adhesión interfacial al incorporar el mineral en matrices poliméricas, lo que se traduce en un incremento significativo de sus propiedades mecánicas y de barrera (Cao et al., 2010).

Una de sus ventajas es que constituye una vía directa, reproducible y altamente eficiente para la producción de nanohojas con un elevado grado de dispersión. Sin embargo existe el riesgo de inducir daño estructural o fractura microestructural en las láminas si las condiciones y la intensidad de la energía mecánica no se controlan con precisión (Xu et al., 2022).

#### **2.2.1.2 Exfoliación química e intercalación**

Este proceso se basa en la inserción de agentes intercalantes comúnmente tensioactivos como las sales de amonio cuaternario dentro de las galerías interlaminares de la MMT. La introducción de estas especies expande el espacio basal, debilitando las fuerzas de Van der Waals y propiciando la posterior exfoliación del material. Los procesos de intercalación-exfoliación asistidos por agentes modificadores como el bromuro de cetiltrimetilamonio o el dodecil sulfato de sodio incrementan sustancialmente la capacidad de captura de contaminantes (Xue et al., 2021). Esto se debe a que la expansión estructural expone una mayor cantidad de sitios activos internos. Asimismo, esta técnica es ampliamente utilizada en el desarrollo de nanocompuestos poliméricos para optimizar su estabilidad térmica y resistencia mecánica.

Una de sus ventajas es que permite un control riguroso de la distancia de separación entre las láminas y posibilita la funcionalización química a la medida de la matriz interna del material, sin embargo, requiere el uso de reactivos químicos específicos, demanda etapas adicionales de lavado y purificación, y puede introducir impurezas residuales en el sistema cristalino.

### **2.2.1.3 Exfoliación en fase líquida**

Consiste en la dispersión de la MMT en solventes seleccionados (pueden ser sistemas acuosos o disolventes orgánicos), asistida por métodos físicos complementarios como la sonicación, ciclos de congelación/descongelación o choques térmicos. La combinación de ciclos térmicos de congelación y descongelación junto con la aplicación de ultrasonido permite la exfoliación controlada de la MMT, facilitando la obtención de nanohojas con diversas relaciones de aspecto. Por otra parte, la implementación de métodos térmicos oxidativos (como el empleo de peróxido de hidrógeno) genera nanohojas que conservan un gran tamaño lateral y un elevado índice de aspecto estructural (Gao et al., 2022).

Una de sus ventajas es que representa una metodología versátil, adaptable y con un alto potencial de escalabilidad industrial para la manufactura de nanohojas de alta calidad estructural, sin embargo, la eficiencia global del proceso está estrictamente condicionada por las propiedades termodinámicas del solvente como su tensión superficial y los parámetros operativos del sistema (Fang et al., 2024).

### **2.2.1.4 Intercalación**

El proceso de hidratación de la MMT se desarrolla en dos etapas secuenciales bien definidas. En la primera fase, los cationes interlaminares (típicamente  $\text{Na}^+$ ) experimentan una solvatación inicial que induce la expansión mecánica del espacio basal (Liu et al., 2023). Posteriormente, se produce la incorporación de capas adicionales de moléculas de agua en las galerías previamente expandidas. Este mecanismo es fundamental para propiciar la posterior exfoliación del mineral y se encuentra estrechamente condicionado por la entalpía de hidratación de los cationes presentes.

Por otro lado, la intercalación de especies orgánicas, tales como tensioactivos o líquidos iónicos, permite modificar selectivamente las propiedades fisicoquímicas de la MMT (Zhou et al., 2019). Esta inserción molecular incrementa significativamente el espaciado basal y restringe la afinidad hidrofílica hacia el agua, lo que disminuye su absorción interna. Como consecuencia, se facilita la exfoliación y se optimiza la compatibilidad interfacial de la arcilla al ser incorporada en matrices poliméricas.

Finalmente, la naturaleza química de los cationes interlaminares, la concentración de las especies intercalantes y el pH del medio operan como las variables determinantes en la cinética y el equilibrio del proceso. Por ejemplo, aquellos cationes que poseen una mayor energía o capacidad de hidratación favorecen una expansión interlaminaar más pronunciada, incrementando el volumen disponible en la matriz interna del mineral (Li y Chen, 2000).

## **2.3 Absorción**

La absorción se define como un proceso en el que una sustancia se pone en contacto con otra sustancia con el fin de separarla, en este fenómeno el pH y la concentración influyen en el proceso de absorción (Maile et al., 2015).

### **2.3.1 Tipos de absorción**

La absorción química se da cuando la sustancia absorbida reacciona químicamente con el absorbente, formando un compuesto nuevo. Este proceso es mucho más rápido, libera mayor cantidad de calor y es irreversible (o muy difícil de revertir) (Fang, 2016), mientras que la absorción física ocurre cuando las moléculas simplemente se disuelven o se retienen dentro del absorbente mediante fuerzas intermoleculares débiles (como las fuerzas de Van der Waals). No hay reacción química. Es un proceso reversible, lo que significa que el material puede liberar la sustancia absorbida (Ban et al., 2014).

### **2.3.2 Mecanismos de absorción**

La transferencia de masa se define como el movimiento neto de componentes químicos o especies moleculares individuales a través de una fase o entre fases distintas de la materia. Este fenómeno de transporte macroscópico ocurre bajo la influencia de fuerzas impulsoras físicas y está gobernado intrínsecamente por las propiedades termodinámicas y de transporte del sistema, tales como la solubilidad, la difusividad (medida de la movilidad molecular) y la permeabilidad (la facilidad de tránsito a través de medios porosos o membranas) (Han y Scanlon, 2013).

La difusión es el mecanismo de transporte de masa a escala molecular caracterizado por el movimiento aleatorio y espontáneo de partículas en el espacio. Este fenómeno está impulsado principalmente por un gradiente de concentración, donde las especies migran de manera neta desde regiones de mayor potencial químico o concentración hacia regiones de menor concentración, buscando el equilibrio dinámico del sistema (Han y Scanlon, 2013).

La capilaridad es el fenómeno físico mediante el cual un fluido se desplaza o experimenta un movimiento a través de conductos estrechos, intersticios o microestructuras de materiales porosos. Este transporte no depende de gradientes de concentración externos, sino que es consecuencia directa de las fuerzas capilares, las cuales resultan del balance termodinámico entre las fuerzas de cohesión internas del líquido y las fuerzas de adhesión intermolecular entre el líquido y las paredes sólidas del medio (Wittmann et al., 2012).

### **2.3.3 Desorción**

El fenómeno inverso a la adsorción se conoce como desorción y consiste en la liberación de los átomos, iones o moléculas que se encontraban retenidos en una interfaz líquida o sólida, permitiendo su retorno hacia el seno de la fase fluida (gas o líquido). Al modular la transferencia de masa entre distintas fases, este mecanismo ejerce un papel crucial en la ciencia de materiales y la química, influyendo de manera directa en las cinéticas de reacción, los fenómenos de transporte y el control del equilibrio en sistemas heterogéneos (Knopf et al., 2024).

#### **2.3.4 Materiales adsorbentes destacados**

Algunos de los materiales adsorbentes destacados son los que se presentan a continuación:

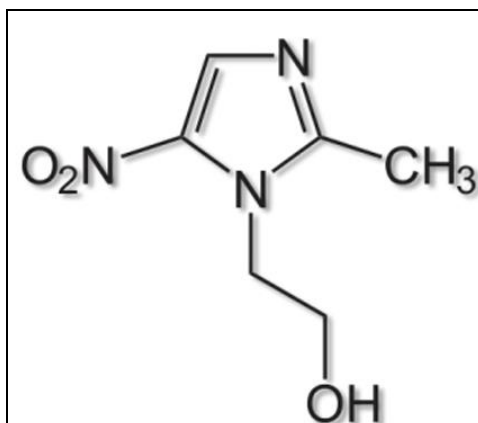
Las matrices porosas, que son materiales sólidos que poseen una estructura interna llena de cavidades, canales o intersticios (poros). Estos espacios vacíos aumentan drásticamente su área superficial interna, lo que les permite alojar, filtrar, transportar o retener fluidos y moléculas en su interior (Foo y Hameed, 2011).

El carbón activado captura contaminantes principalmente mediante absorción en su superficie, por otro lado, las zeolitas poseen canales tridimensionales cristalinos definidos y de tamaño micrométrico que logran confinar moléculas que logran atravesar y moverse dentro de sus cavidades (Foo y Hameed, 2011).

Por otro lado, se encuentran las arcillas esmectitas que, a diferencia de las matrices con porosidad fija, los minerales de esta familia poseen estructuras laminares flexibles que se expanden al entrar en contacto con el agua mediante el fenómeno de hinchamiento. Esta característica transforma el espacio interlaminar en una zona de absorción dinámica, cuyo volumen interno se ajusta de manera flexible a las dimensiones y al volumen de las especies químicas que se introducen en su estructura (Thiebault, 2020).

#### **2.4 Metronidazol**

El metronidazol es un agente sintético antibacteriano y antiparasitario que se encuentra clasificado dentro de la clase de nitroimidazoles, (su estructura se puede apreciar en la Fig. 1), y cuyo uso en la práctica clínica ya tiene más de 35 años, es importante destacar que por las heces se excreta de un 6 a un 15% (Villanueva et al., 2023).



**Fig. 1 Estructura del MTZ.**

Sus propiedades se muestran en la tabla 1, donde se puede observar su alta solubilidad en agua y el valor del  $pK_a$ .

**Tabla 1. Propiedades fisicoquímicas del metronidazol (Mortero, 2024).**

|                                   |                                                             |
|-----------------------------------|-------------------------------------------------------------|
| <b>Fórmula molecular</b>          | C <sub>6</sub> H <sub>9</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub> |
| <b>Peso molecular</b>             | 171.16 g/mol                                                |
| <b>Solubilidad en agua (25°C)</b> | 10.5 mg/ml                                                  |
| <b>Punto de fusión</b>            | 159° a 163° C                                               |
| <b>pK<sub>a</sub></b>             | 2.5                                                         |
| <b>Aspecto físico</b>             | Polvo cristalino blanco o amarillo pálido, inodoro          |

#### **2.4.1 Antecedentes del Metronidazol e Implicaciones para la salud**

El metronidazol es un medicamento antimicrobiano ampliamente utilizado para tratar infecciones causadas por bacterias anaerobias y protozoos. Es un derivado sintético del nitroimidazol, desarrollado inicialmente para tratar infecciones como amebiasis y la giardiasis (Adil et al., 2018). Es un compuesto 5-nitroimidazol, que actúa como agente mutagénico principalmente debido a su activación reductiva en

condiciones anaeróbicas o hipóxicas, el grupo nitro (-NO<sub>2</sub>) experimenta una reducción que genera radicales libres altamente inestables (Edwards, 1993). Estos radicales pueden generar un daño significativo en la estructura del material genético y las proteínas, el mecanismo de toxicidad celular se fundamenta en un ataque directo a las hebras de la doble hélice (Hoyne et al., 1989), provocando rupturas de cadenas, así como la desestabilización de las bases nitrogenadas, impidiendo procesos vitales como la replicación y transcripción, conduciendo a la muerte celular (Reitz et al., 1991).

La peligrosidad del MTZ, sumada a su potencial neurotoxicidad en casos de exposición crónica (Lala et al., 2021) hace imperativa la elaboración de sistemas de tratamiento avanzados que permitan su separación efectiva del medio acuoso. En este contexto, la absorción sobre materiales se presenta como una estrategia técnica fundamental que no solo responde a una necesidad de limpieza hídrica, sino que actúa como una barrera de bioseguridad.

## **2.5 Degradación foto-Fenton**

El proceso foto-Fenton constituye una tecnología de oxidación avanzada, empleada en la remoción de compuestos orgánicos persistentes presentes en efluentes acuosos y aguas residuales.

Esta técnica optimiza la reacción tradicional de Fenton, basada en la interacción estándar entre el peróxido de hidrógeno y los iones de hierro, para generar radicales hidroxilo, mediante la incorporación de radiación ultravioleta o visible (Lee et al., 2022).

Dicha radiación actúa acelerando el sistema al propiciar la reducción de los iones Fe<sup>3+</sup> de vuelta a su estado funcional Fe<sup>2+</sup>, lo cual asegura una regeneración cíclica y continua del catalizador. De este modo, se logra mantener una producción sostenida de estas especies radicalarias altamente reactivas, resultando en un mecanismo sumamente eficaz para la completa mineralización y descomposición de la materia orgánica contaminante (Zheng, 2004).

### **2.5.1 Degradación foto-Fenton en metronidazol**

El mecanismo de degradación del metronidazol mediante el proceso foto-Fenton inicia con el ataque de los radicales hidroxilo sobre el grupo nitro de la molécula. Este impacto rompe el enlace y libera dicho grupo en forma de nitritos que rápidamente se oxidan a nitratos, lo que anula de inmediato la actividad antibiótica y la toxicidad del fármaco. Al mismo tiempo, los radicales oxidan la cadena lateral de alcohol, transformándola en aldehídos hasta fragmentarla por completo en pequeños compuestos como el ácido acético (Seidmohammadi et al., 2023).

Una vez despojado de sus ramificaciones, el núcleo central del metronidazol queda expuesto, permitiendo que los radicales rompan los enlaces dobles del anillo de imidazol. Esta apertura del anillo desintegra la estructura original en

fragmentos lineales muy pequeños de bajo peso molecular, dando lugar a ácidos orgánicos simples como el oxámico, oxálico y fórmico. Con el paso del tiempo bajo la radiación, estos ácidos sufren una oxidación final o mineralización, convirtiéndose por completo en sustancias inocuas como dióxido de carbono, agua y amonio (Seidmohammadi et al., 2023).

## **2.6 Potencial Z**

El potencial zeta constituye un parámetro fisicoquímico fundamental en la ciencia de coloides que mide el potencial eléctrico en la superficie de una partícula dentro de un plano de cizalla hidrodinámico. Al representar la carga neta de dichas partículas suspendidas, cuantificada formalmente en milivoltios, esta propiedad influye de manera directa en la estabilidad electrostática de dispersiones, emulsiones y espumas, determinando si el sistema tenderá a la repulsión o a la agregación (Demirbolat et al., 2021).

Mediante esta prueba se puede conocer el punto isoeléctrico, el cual es un concepto que se refiere al pH en el cual una molécula, como una proteína o una partícula coloidal, tiene una carga neta total de cero (Kozłowski, 2021). En este estado, las cargas positivas y negativas de la molécula se equilibran, lo que resulta en una falta de movimiento neto en un campo eléctrico.

### **2.6.1 Factores que afectan la potencial zeta en arcillas**

pH: el potencial zeta de las arcillas exhibe una dependencia crítica con respecto al pH, volviéndose generalmente más negativo a medida que este incrementa. Este fenómeno se atribuye a la desprotonación de los grupos funcionales anfóteros (como silanoles y aluminosilos) localizados en los bordes de las láminas cristalinas. Por el contrario, a valores de pH fuertemente ácidos, la protonación de estos sitios promueve una disminución en la magnitud de la carga neta negativa o, en algunos casos, la inversión de carga en las zonas de borde (Bate y Burns, 2010).

Fuerza iónica y tipo de electrolito: la concentración y la valencia de los iones presentes en la solución desempeñan un papel crucial en la electroquímica superficial del material. Un incremento en la fuerza iónica del medio provoca una reducción en la magnitud absoluta del potencial zeta (un acercamiento hacia cero). Esto ocurre debido al fenómeno de compresión de la doble capa eléctrica, donde un exceso de cationes en el medio acuoso se adsorbe o se aproxima al plano de cizalla, apantallando eficazmente la carga negativa permanente de las láminas de la arcilla (Zhang et al., 2018)

Tipo de arcilla: las variaciones estructurales y de composición química entre las distintas familias de arcillas (como montmorillonita o caolinita) determinan de forma intrínseca el comportamiento de su potencial zeta. Minerales como la montmorillonita, caracterizados por una elevada sustitución isomórfica en sus redes tetraédricas u octaédricas, presentan una densidad de carga negativa permanente y una elevada capacidad de hinchamiento. Esto resulta en perfiles de

potencial zeta significativamente diferentes de aquellos observados en arcillas de carga variable o estructuras no expandibles como la caolinita (Bate y Burns, 2010)

## **2.7 Fisisorción**

La fisisorción es un proceso en el que moléculas o átomos se adhieren a la superficie de un material sólido mediante fuerzas de Van der Waals, que son interacciones débiles y no específicas. Este fenómeno es reversible y exotérmico, lo que significa que libera energía en forma de calor y puede revertirse fácilmente al cambiar las condiciones, como la temperatura o la presión (Farrukh et al., 2021).

La fisisorción de nitrógeno constituye una técnica analítica y ampliamente utilizada para caracterizar materiales porosos, especialmente en la determinación de propiedades como el área superficial específica, la distribución del tamaño de poros y el volumen de poros (Paykar et al., 2025). Este método se basa en las interacciones débiles entre las moléculas de gas y las superficies sólidas, y se realiza típicamente a temperaturas criogénicas, como 77 K, utilizando nitrógeno como adsorbato.

### 3. Estado del arte

#### 3.1 Contaminantes emergentes en agua

En las últimas décadas, la caracterización de los cuerpos de agua ha revelado una problemática que trasciende a los contaminantes convencionales, como los metales pesados. Se ha documentado una presencia persistente de residuos farmacéuticos, categorizados como contaminantes de preocupación emergente. Estos se definen como un grupo heterogéneo de sustancias químicas de origen antropogénico que, pese a su presencia en el medio ambiente, carecen de una regulación estricta (Prats, 2023). A diferencia de los contaminantes tradicionales, cuya peligrosidad suele asociarse a vertidos masivos en concentraciones elevadas, los fármacos poseen una potencia biológica diseñada intrínsecamente para actuar en dosis mínimas. Esta propiedad les confiere la capacidad de desencadenar efectos adversos severos, tales como la disrupción endocrina y la inducción de resistencia genética, alterando de forma irreversible el equilibrio biológico de las matrices acuáticas (Wennmalm, 2011). En consecuencia, los contaminantes emergentes se consolidan hoy como uno de los desafíos más críticos para la seguridad de los sistemas hídricos globales (Oriji et al., 2024).

En México, esta problemática se agudiza debido a la limitada eficiencia de las plantas de tratamiento de aguas residuales convencionales, las cuales no fueron diseñadas originalmente para remover contaminantes emergentes (Acuña et al., 2025). Esta categoría incluye una amplia gama de sustancias como analgésicos, antiinflamatorios, antibióticos, hormonas y productos de cuidado personal. Entre los fármacos reportados con mayor frecuencia en aguas superficiales y residuales del país se encuentran el naproxeno, la carbamazepina, el diclofenaco, el ibuprofeno, el paracetamol y el  $17\beta$ -estradiol (Acuña et al., 2025; Hernández et al., 2024; Rivera et al., 2018). Asimismo, otros compuestos de preocupación como el  $17\alpha$ -etinilestradiol, el sulfametoxazol y fármacos psiquiátricos como el clonazepam han comenzado a detectarse en diversas matrices acuosas (Robledo et al., 2017); dentro de este grupo de antibióticos persistentes destaca el metronidazol (MTZ), un antimicrobiano ampliamente utilizado cuyo desecho continuo y baja tasa de eliminación en sistemas convencionales lo convierten en un foco prioritario de estudio para su absorción y degradación. En efluentes de empresas farmacéuticas se han detectado concentraciones máximas de metronidazol de hasta  $19.03 \mu\text{g/L}$  en aguas residuales y acumulaciones de hasta  $12.22 \text{ ng/g}$  en los lodos residuales (Tayo et al., 2026), lo cual indica que este medicamento no está presente solamente en el agua sino que también tiene presencia en lodos.

En la **tabla 2** se presentan algunos de los adsorbentes utilizados para remover MTZ en agua. De acuerdo con esta información, se reportan eficiencias máximas superiores al 90%, con excepción de las nanopartículas de  $\text{FeNi}_3$  que su remoción es cercana a 45%. Sin embargo, para el primer caso de la nano-pumita, dicho resultado proviene de un análisis de simulación y se encuentra optimizado. Por otro lado, el biocarbón modificado requiere alcanzar temperaturas muy altas para su obtención, mientras que las membranas funcionalizadas sufren de

taponamientos que provocan la pérdida de su selectividad. Finalmente, las nanopartículas de hierro pueden experimentar una oxidación prematura y presentan problemas de aglomeración.

**Tabla 2. Métodos usados para absorber el MTZ.**

| <b>Método</b>                                                                                           | <b>Eficiencia Máxima</b> | <b>Condiciones Óptimas</b>        | <b>Ventajas</b>                         |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------------|
| <b>Nano-pumita: derivado de desechos de mina (Jonidi, et al., 2025)</b>                                 | 94,55%                   | pH 3, 60 min, 1,5 g/L             | Natural, económico, alta capacidad.     |
| <b>Nanopartículas de FeNi<sub>3</sub> (Rahimi et al., 2021)</b>                                         | 45,09%                   | pH 7, 180 min.                    | Fácil recuperación                      |
| <b>Biocarbón modificado (Belhassen et al., 2017)</b>                                                    | 97,44%                   | Modificación química avanzada     | Alta eficiencia, diseño personalizable. |
| <b>Membranas funcionalizadas: decoradas con grupos aldehído y amina secundaria (Ravi y Kumar, 2024)</b> | Alta selectividad        | Decoración con grupos funcionales | Selectividad para MTZ                   |
| <b>Nanopartículas de hierro cero-valente (Oyegoke, 2025a)</b>                                           | 95,8%                    | 10 min, relación 2:1              | Rápido, eficiente, eco-amigable         |

### 3.2 Aplicación de la MMT para la remoción de MTZ

A pesar de la diversidad de materiales absorbentes disponibles, la MMT en la remoción de fármacos del medio acuático debido a su singular combinación de abundancia natural, bajo costo y propiedades estructurales versátiles.

Perteneciente a la familia de las esmectitas, esta arcilla posee una estructura laminar de tipo 2:1 que le confiere una elevada capacidad de intercambio catiónico y un área superficial interna significativa (França et al., 2022; Schoonheydt, 2013).

Estas características son fundamentales para la remoción del MTZ. La presencia de centros activos con carga negativa en las láminas de la MMT facilita la atracción electrostática y la posterior intercalación de la molécula del fármaco, especialmente en condiciones de pH donde se encuentra protonado (Sciascia et al., 2021).

La arcilla no solo actúa como un soporte físico, sino como un reactivo geo-químico capaz de confinar eficientemente al contaminante, compitiendo en viabilidad económica a absorbentes sintéticos como los carbones activados o los nanomateriales (Abdikamalova et al., 2023; Ju et al., 2025).

El mecanismo de absorción e intercalación dentro de las galerías de la MMT depende críticamente de su estado de ionización.

El MTZ tiene una constante de acidez cerca de 2.58 (Chang et al., 2021), bajo condiciones de  $\text{pH} < 2.58$  el anillo imidazol del metronidazol se protona, adquiriendo una carga positiva, en este estado, el mecanismo principal es el intercambio catiónico, donde las moléculas del fármaco sustituyen a los cationes inorgánicos de la arcilla, fijándose fuertemente a las láminas cargadas negativamente.

Bajo condiciones de  $\text{pH} > 2.58$  se encuentra en su forma molecular neutra. Su ingreso y retención en el espacio interlaminar ocurre mediante la formación de puentes de hidrógeno entre el grupo hidroxilo (-OH) de la molécula de MTZ y las moléculas de agua que coordinan a los cationes internos de la arcilla, o directamente con los oxígenos basales de las hojas tetraédricas de la MMT (Calabrese et al., 2013).

## 4. Justificación

En la actualidad, la presencia de contaminantes emergentes en los cuerpos de agua se ha convertido en una crisis ambiental de escala global. Entre estos contaminantes, los residuos farmacéuticos representan una amenaza crítica debido a su persistencia y actividad biológica latente (Kovalakova et al., 2020). Las plantas de tratamiento de aguas residuales convencionales no fueron diseñadas para degradar este tipo de estructuras químicas complejas, por lo que es imprescindible el desarrollo e implementación de nuevas tecnologías eficientes y de bajo costo para la remoción de estos contaminantes en el agua.

Dentro de este grupo de fármacos de preocupación prioritaria se encuentra el metronidazol, un antibiótico y antiparasitario de amplio espectro (Aguilar et al., 2023). El interés en radica en su elevado volumen de consumo, derivado de su alta disponibilidad y su condición de medicamento de venta libre en múltiples regiones, incluido México, a pesar de su alta biodisponibilidad, se han observado variaciones en las tasas de absorción entre especies, por ejemplos; en cerdos y pollos de engorde tras una dosis oral única se recuperó aproximadamente el 75% del fármaco en las heces en un plazo de 14 días del cual el 40% correspondía al MTZ sin cambios (Pan et al., 2017), lo que demuestra que hay diversos caminos para que este fármaco llegue a los cuerpos de agua, y es una preocupación latente ya que no pueden ser controlados.

Al ingresar a los ecosistemas acuáticos, estos residuos generan un riesgo para la salud pública al propiciar la resistencia bacteriana y provocan graves disrupciones en el microbiota de los ecosistemas (Madushika et al., 2026). Se ha demostrado que genera alteraciones fisiológicas en peces y otros organismos acuáticos. Por ejemplo, la exposición a este antiparasitario en carpa común provocó estrés oxidativo y daño hepático, lo que pone de manifiesto sus efectos tóxicos (Han et al., 2013).

Por esta razón, en años recientes se ha manifestado un creciente interés científico en los procesos de remoción de este fármaco, lo que ha provocado una exploración de las diversas alternativas tecnológicas que van desde nanotubos de carbono magnéticos (Kahkha et al., 2020), nanopartículas magnéticas de carbón activado (Sheikhmohammadi et al., 2021), hasta membranas funcionalizadas (Oyegoke, 2025), no obstante, al evaluar la viabilidad técnico-económica de estos métodos a gran escala, se evidencian limitaciones severas, ya que estas alternativas enfrentan restricciones debido a sus elevados costos de producción y complejidad de sintetizarlos de forma masiva y además, en el caso de las membranas por ejemplo, sufren de saturación prematura y requieren mantenimientos complejos, lo que restringe significativamente su aplicación práctica en escenarios reales.

La presente investigación propone el uso de la montmorillonita sódica como absorbente, una arcilla que ofrece ventajas sobresalientes gracias a su estructura laminar, la cual le otorga una alta capacidad potencial para la absorción de

moléculas orgánicas. Asimismo, mientras que los absorbentes comerciales convencionales, como el carbón activado, implican elevados costos de adquisición y producción, la montmorillonita sódica se posiciona como una opción sumamente rentable debido a la gran abundancia de depósitos arcillosos en el territorio mexicano.

## 5. Hipótesis

La montmorillonita sódica es capaz de absorber metronidazol del agua por atracciones electrostáticas, facilitando la desorción para ser reutilizada, y degradar por separado el metronidazol, proponiendo así un proceso de descontaminación sustentable.

## 6. Objetivo

### 6.1 General

Evaluar la capacidad de MMT como material absorbente para la remoción de MTZ en solución acuosa desde un punto de vista sustentable, al estudiar su reusabilidad post desorción y la fotodegradación del residuo de MTZ.

### 6.2 Específicos:

- Validar la exfoliación de MMT mediante dos técnicas de exfoliación ultrasónica.
- Caracterizar MMT exfoliada y sin exfoliar.
- Comparar la eficiencia de absorción de MMT exfoliada y sin exfoliar para remover MTZ presente en agua.
- Identificar el mecanismo de absorción, así como la reusabilidad de la MMT mediante pruebas de absorción-desorción.
- Llevar a cabo pruebas de degradación de MTZ mediante la reacción foto-Fenton.

## 7. Materiales y métodos

### 7.1 Materiales

Los materiales bases para el estudio fueron montmorillonita sódica obtenida de la empresa Fung Hong New Materials (Provincia de Zhejiang, China) y metronidazol en tabletas de 500 mg (Biotazol ®, Bioresearch de México, México; Lote: 22798).

Para lo referente a los medios de cultivo y material biológico, se empleó la cepa de referencia *Escherichia coli* ATCC 25922. Se utilizó medio de cultivo base LB Broth (Lennox) y agar bacteriológico, ambos de la marca Sigma-Aldrich.

En cuanto a los reactivos químicos se usó el citrato de sodio (Sigma-Aldrich), cloruro de sodio ( $\text{NaCl} \geq 99.0\%$ , J.T. Baker), hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ,  $\geq 97\%$ , Sigma-Aldrich), sulfato ferroso heptahidratado ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\geq 99.0\%$ , Sigma-Aldrich) y peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ , 50%, Sigma-Aldrich) adicionalmente para este trabajo se utilizaron filtros polietersulfona (PES).

### 7.2 Exfoliación de arcilla

Para la exfoliación se siguieron dos rutas como se muestra en la **Fig. 2**, en ambos casos la arcilla se hidrató la arcilla durante 4 h en agitación a una concentración de 7.5 g/L.

Posteriormente, se sonicó durante 30 minutos en un baño ultrasónico WiseClean (Wisd Laboratory Instruments) con una frecuencia de ultrasonido de 40 kHz; esta muestra se denominó (B30).

Para la exfoliación en punta ultrasónica, se sonicó durante 7 minutos y la muestra se denominó (P30).

Finalmente, ambas muestras se centrifugaron a 6500 rpm durante 30 minutos, se recuperó el sobrenadante y se secó en horno a 40 °C durante 24 h.

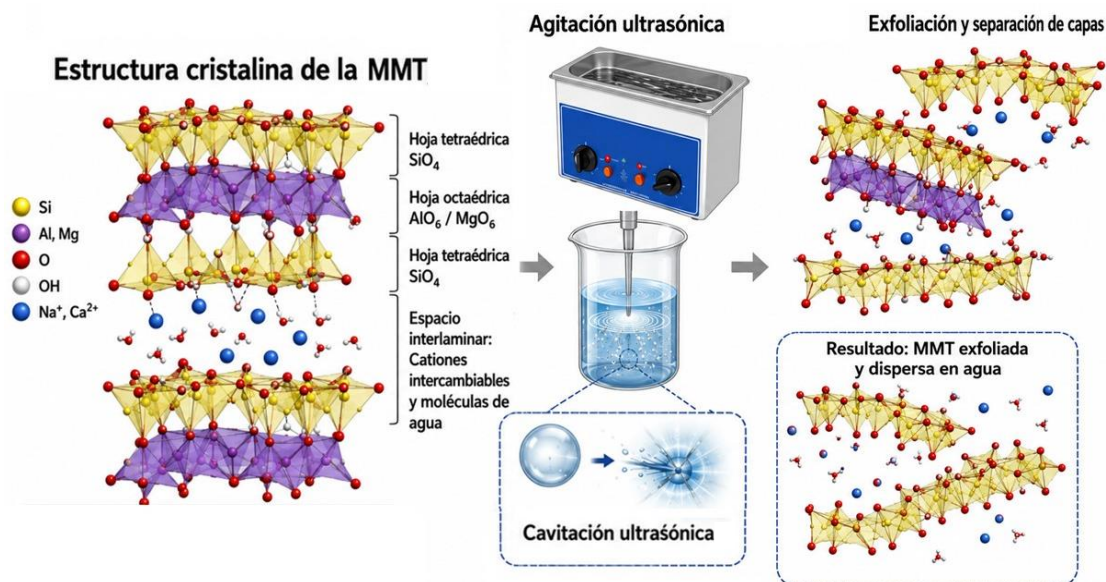


Fig. 2 Diagrama de la exfoliación de arcilla.

### 7.3 Morfología

Para observar la morfología de las muestras de arcilla sin exfoliar previamente fueron fijadas en un pin de aluminio y se analizaron por **Microscopía Electrónica de Barrido** (SEM) a 15 kV con un microscopio FEI-ESEM Quanta FED-250.

Para la identificación de la morfología de las láminas de MMT exfoliada se usó **Microscopía Electrónica de Transmisión** (TEM) se realizó con un microscopio JEM-2100 JEOL que operaba a 200 kV y equipado con un detector de espectroscopía de rayos X de energía dispersiva (EDS) Oxford AztecTEM.r. Las muestras de arcilla exfoliada fueron preparadas mediante la técnica de goteo sobre rejillas de cobre recubiertas con película de carbono tipo lacey carbon. Posteriormente, las rejillas se secaron a temperatura ambiente antes de su análisis microscópico.

### 7.4 Estructura cristalina de la MMT

Se llevó a cabo mediante la difracción de rayos X (XRD) se realizó con un difractómetro de rayos X Rigaku SmartLab, con radiación Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 0,154$  nm) a una velocidad de barrido de 1°/min en el rango de 10 a 100° en 2 $\theta$ .

### 7.5 Análisis de carga superficial

Para las mediciones del potencial Z, se prepararon alícuotas de 1.5 ml de las suspensiones de ambas muestras, exfoliada y sin exfoliar, cuyo pH fue ajustado en el rango de 1 a 11 mediante la adición de HCl y NaOH, el cual fue medido con un potenciómetro digital de mesa marca ScienceMed (Modelo PH-250/ Microprocesador pH / mV Meter), equipado con un electrodo de combinación de

vidrio y un sensor de temperatura externo marca Extech Instruments. Las mediciones de análisis de carga fueron hechas en un equipo Zetasizer Nano ZS90 (Malvern Instruments).

## **7.6 Fisisorción de N<sub>2</sub>**

La determinación del área superficial y las propiedades porosas de las muestras de montmorillonita exfoliada se realizó mediante fisisorción de nitrógeno utilizando un analizador automático de alta resolución Micromeritics ASAP 2020 a la temperatura del nitrógeno líquido (77 K).

Para el cálculo del área superficial específica, se aplicó el modelo matemático de BET (Brunauer-Emmett-Teller), por otro lado, la distribución del tamaño de poro y el volumen total de poro se determinaron mediante el método de BJH (Barrett-Joyner-Halenda).

## **7.7 Espectrofotometría UV-vis**

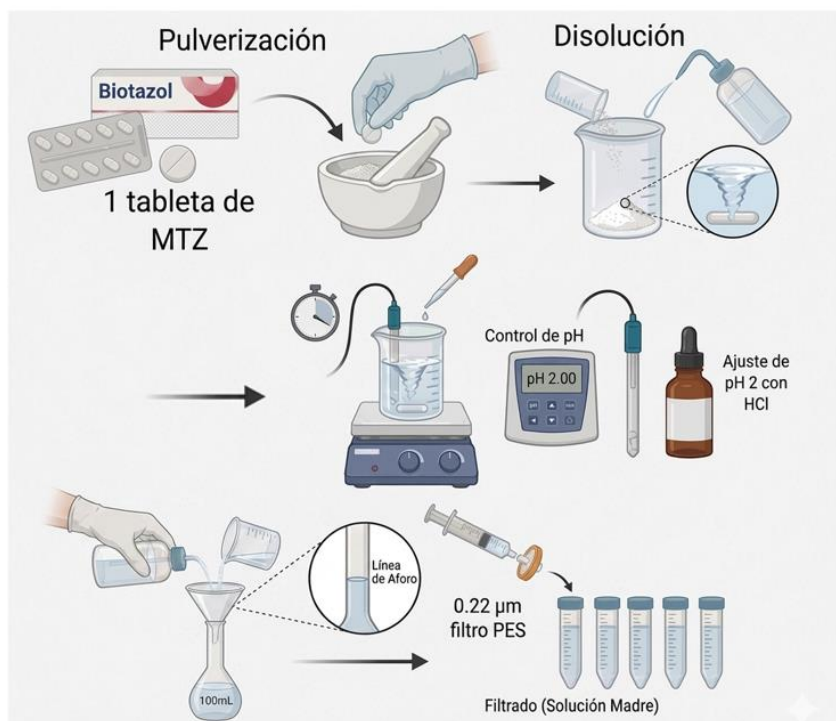
Los espectros de absorción se registraron en un espectrofotómetro UV-Vis Agilent Technologies Cary 60, empleando una celda de cuarzo con un paso óptico de 1 cm, en un rango de barrido de 200 a 800 nm, con un ancho espectral de 1.5 nm.

## **7.8 Espectrofotometría infrarroja por transformada de Fourier**

Los espectros se obtuvieron utilizando un espectrómetro de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR) modelo Vertex 70 acoplado a un microscopio Hyperion (Bruker, Alemania), (CIACYT-UASLP), las mediciones se realizaron en un rango de 400 a 4000 cm<sup>-1</sup>.

## **7.9 Preparación Stock del MTZ**

La preparación de la solución madre se llevó a cabo como se muestra en la **Fig. 3**, disolviendo una tableta completa de 500 mg en 80 ml de agua desionizada, manteniendo el sistema bajo agitación constante durante 30 min en una placa de agitación magnética. Posteriormente, se ajustó el pH a un valor de 2 con ácido clorhídrico concentrado y se aforó a un volumen final de 100 ml utilizando agua desionizada, obteniendo una concentración nominal de 5000 mg/L. Finalmente, la solución se filtró a través de una membrana de Polietersulfona con un tamaño de poro de 0.22 µm para la posterior preparación, por dilución, de las soluciones de trabajo a las diferentes concentraciones requeridas en el estudio.



**Fig. 3 Preparación de solución stock de MTZ.**

### 7.10 Curvas de calibración de MTZ y MMT

Se prepararon diversos estándares de 10 a 50 mg/L de MTZ a partir de la solución stock y se midió su absorbancia de 278, mientras que para la MMT el rango de las soluciones fue de 15 mg/L a 400 mg/L, posteriormente, se determinó la respuesta óptica del material a una longitud de onda de 242.

Lo anterior con el fin de obtener la ecuación de la recta que describa el comportamiento de la concentración en función de la absorbancia.

### 7.11 Pruebas de absorción

Previo al desarrollo de los ensayos de absorción, se realizó la hidratación de la MMT en agua desionizada durante un periodo de 4 h para asegurar la expansión de las láminas del mineral. La capacidad de absorción de MMT sobre MTZ se determinó mediante pruebas que se llevaron a cabo en dos modalidades experimentales: análisis *ex situ*, y análisis *in situ*.

#### 7.11.1 Ensayos de absorción *in situ*

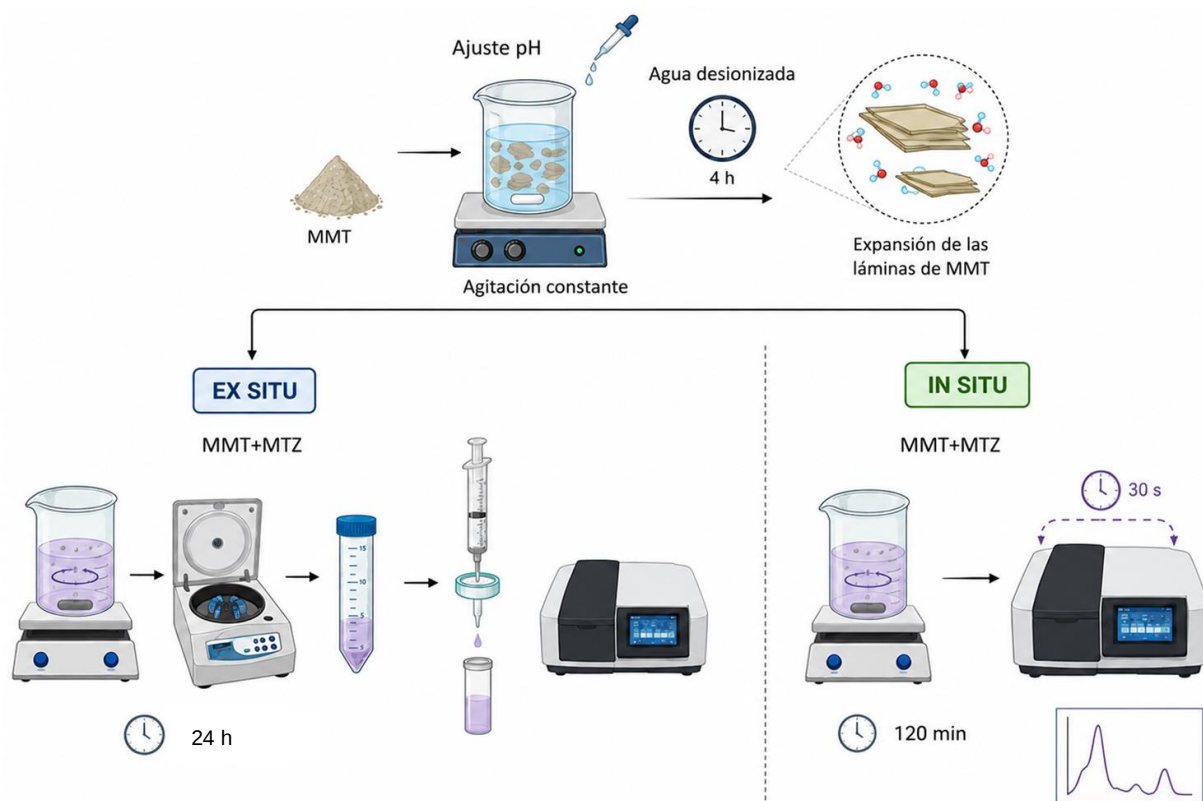
Para estas pruebas se prepararon suspensiones de la arcilla exfoliada y no exfoliada a una concentración final de 200 mg/L, a la cual se le adicionó la solución de metronidazol hasta alcanzar una concentración final de 25 mg/L, se agitó de manera constante se monitoreó de forma continua durante un periodo de 120 minutos (2 h) como se muestra en la **Fig. 4**.

Las mediciones se realizaron en un espectrofotómetro de alta resolución Shimadzu (Modelo UV-3600 Plus, Japón) (CIACyT-UASLP), configurado en un intervalo de barrido de 200 a 800 nm. Al momento de la adición del fármaco, el sistema experimental se mantuvo bajo agitación constante y observación continua dentro del equipo, adquiriendo de forma automatizada un espectro completo cada 30 segundos. Este monitoreo cinético prolongado durante las 2 h permitió registrar en tiempo real los cambios espectrales asociados a la interacción entre el contaminante y la arcilla.

### 7.11.2 Ensayos de absorción *ex situ*

Las pruebas *ex situ* se llevaron a cabo utilizando tanto la MMT exfoliada como la MMT sin tratar. Para cada ensayo, se mezcló MTZ en medio acuoso a 12.5 mg/L con de 200 mg/L de MMT, en agitación constante, como se muestra en la **Fig. 4**, permitiendo la interacción entre el fármaco y la arcilla.

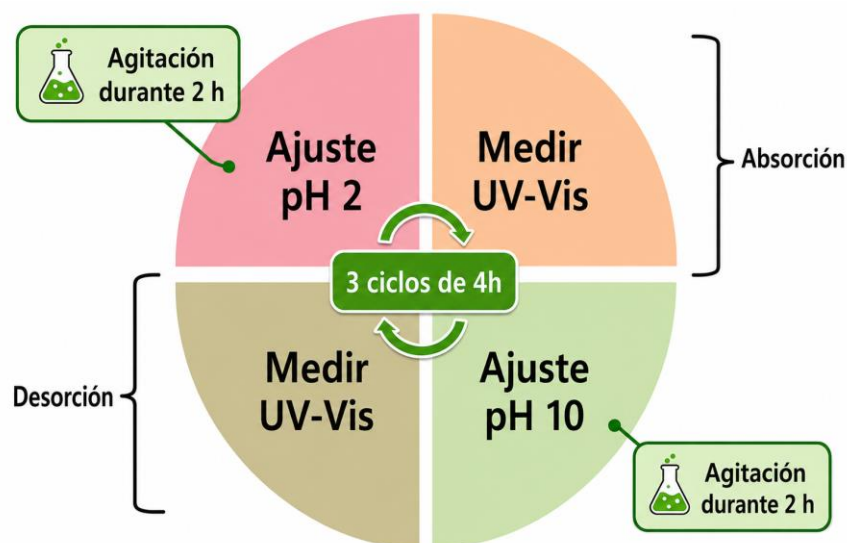
Para la cuantificación del proceso, se tomaron alícuotas del estado inicial del sistema y a las y 24 h, se centrifugan a 3600 rpm durante 1h y se hace pasar a través de un filtro de PES, finalmente, se midieron sus respectivos espectros de absorción.



**Fig. 4** Diagrama de pruebas de absorción de la MMT con MTZ.

### 7.12 Ciclos de absorción y desorción

Para evaluar la capacidad de reusabilidad de la MMT, se llevaron a cabo ciclos consecutivos de absorción-desorción dentro de un mismo sistema como se muestra en la **Fig. 5**. En la fase inicial, se suspendieron 200 mg/L de arcilla en una solución de MTZ a 12.5 mg/L. El proceso de absorción se ejecutó a pH 2 durante 2 horas bajo agitación constante. Posteriormente, para inducir la desorción del contaminante, se ajustó el pH de la solución a 10 mediante la adición de NaOH, manteniendo el sistema en agitación por un periodo adicional de 2 horas. Durante el desarrollo de ambas etapas, se extrajeron alícuotas de manera periódica con el fin de cuantificar los cambios de concentración mediante espectrofotometría UV-Vis.



**Fig. 5 Diagrama de ciclos de absorción y desorción.**

### 7.13 Degradación foto-Fenton de metronidazol

Se llevó a cabo la fotodegradación de 100 ml de una solución de metronidazol (5000 mg/L) mediante un sistema foto-Fenton solar. Para iniciar el proceso, se añadieron 30 mg de citrato de sodio y 60 mg de sulfato ferroso heptahidratado a la solución (Perini et al., 2017). La reacción de oxidación se activó mediante la adición de 1.2 ml de peróxido de hidrógeno bajo exposición a radiación solar natural de aproximadamente 1 mW/cm<sup>2</sup> (Shemer et al., 2006). El sistema se ajustó a pH 3.0 y se mantuvo en constante agitación.

El seguimiento cinético se realizó mediante espectroscopía UV-Vis durante un periodo total de 120 minutos, empleando un esquema de muestreo de alta

resolución durante la primera hora (cada 5 minutos) y con intervalos de 15 minutos durante la segunda hora.

Para asegurar la viabilidad de las pruebas microbiológicas posteriores, Se usó como antibiótico el MTZ sin degradar y la concentración inicial del degradado, el cual provenía de la reacción foto-Fenton y cuyo residuo se calentó a 80°C durante 30 minutos, el pH se ajustó a  $7.0 \pm 0.2$  empleando NaOH.

## **7.14 Demostración de la fotodegradación**

### **7.14.1 Determinación de la concentración mínima inhibitoria**

Para la CMI Se empleó el método de macrodilución en tubo para evaluar la actividad bacteriana del residuo tratado frente a una cepa de *E. coli* ATCC 25922.

Se preparó una serie de diluciones seriadas en caldo LB estéril (35 g/L), partiendo del residuo puro (100%) hasta una dilución de 3.25%. Como se muestra en la **Fig. 6**. Como control de referencia y turbidez visual, se prepararon blancos reactivos que consistieron en la mezcla de caldo de cultivo con MTZ sin degradar y MTZ degradado, además del positivo, el negativo y el control de esterilidad.

Cada unidad experimental fue inoculada con una suspensión bacteriana de una densidad óptica de 0.05 de absorbancia suspendida en una solución salina de 0.85%. Se añadieron 2 ml de aceite mineral.

Después los sistemas se incubaron a 37°C durante un periodo de 18 a 24 horas en condiciones de anaerobiosis. La CMI se definió como la concentración más baja del residuo tratado que inhibió visualmente el crecimiento bacteriano (ausencia de turbidez).

### **7.14.2 Determinación de la concentración mínima bactericida**

Para distinguir entre el efecto inhibitorio y el efecto letal del tratamiento, se realizó la determinación de la CMB.

A partir de los tubos, se realizó una siembra en placas Petri con agar LB (15g/L) y caldo (20 g/L) mediante la técnica de cola de rata. Las placas se incubaron a 37°C durante 24 horas en condiciones aerobias.

La CMB se definió como la concentración más baja del residuo tratado en la que no se observó desarrollo de colonias bacterianas en el medio sólido.

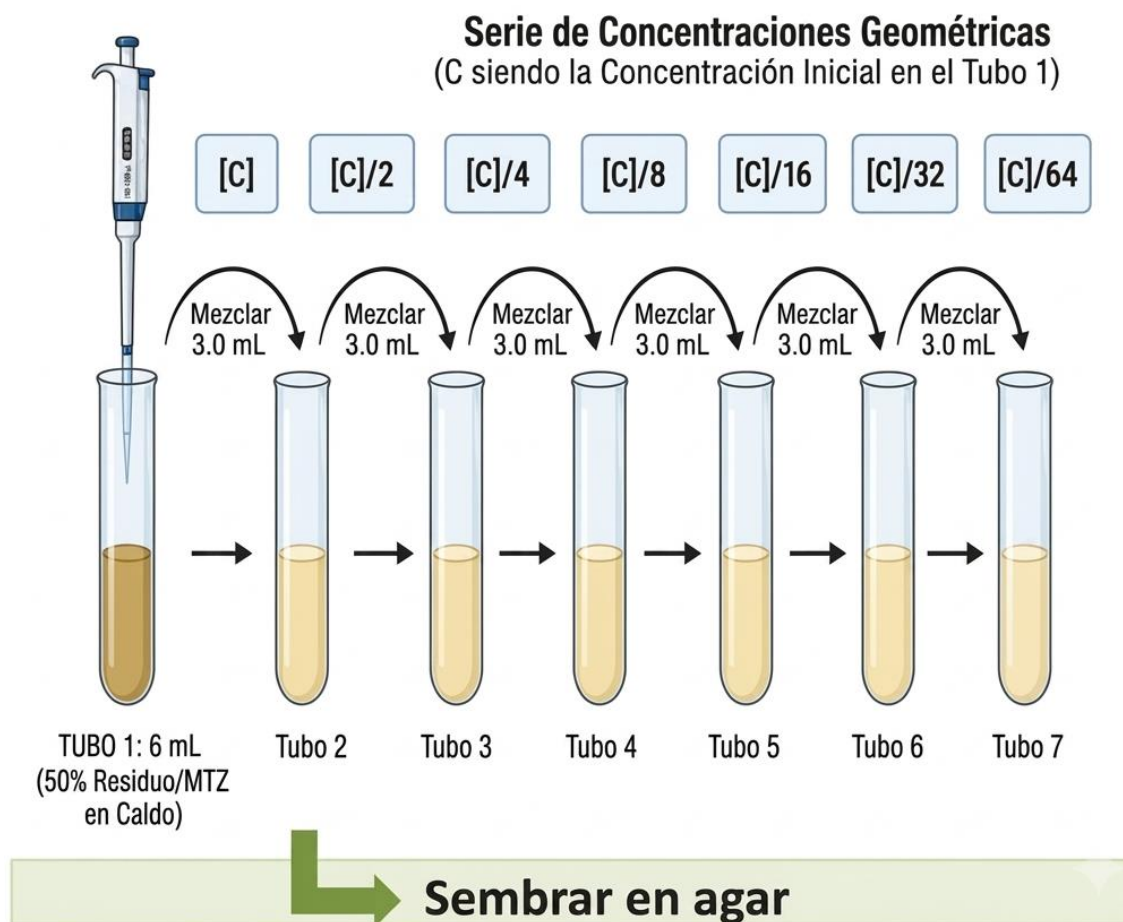


Fig. 6 Diagrama de la preparación de la CMI y CMB.

## 8. Resultados

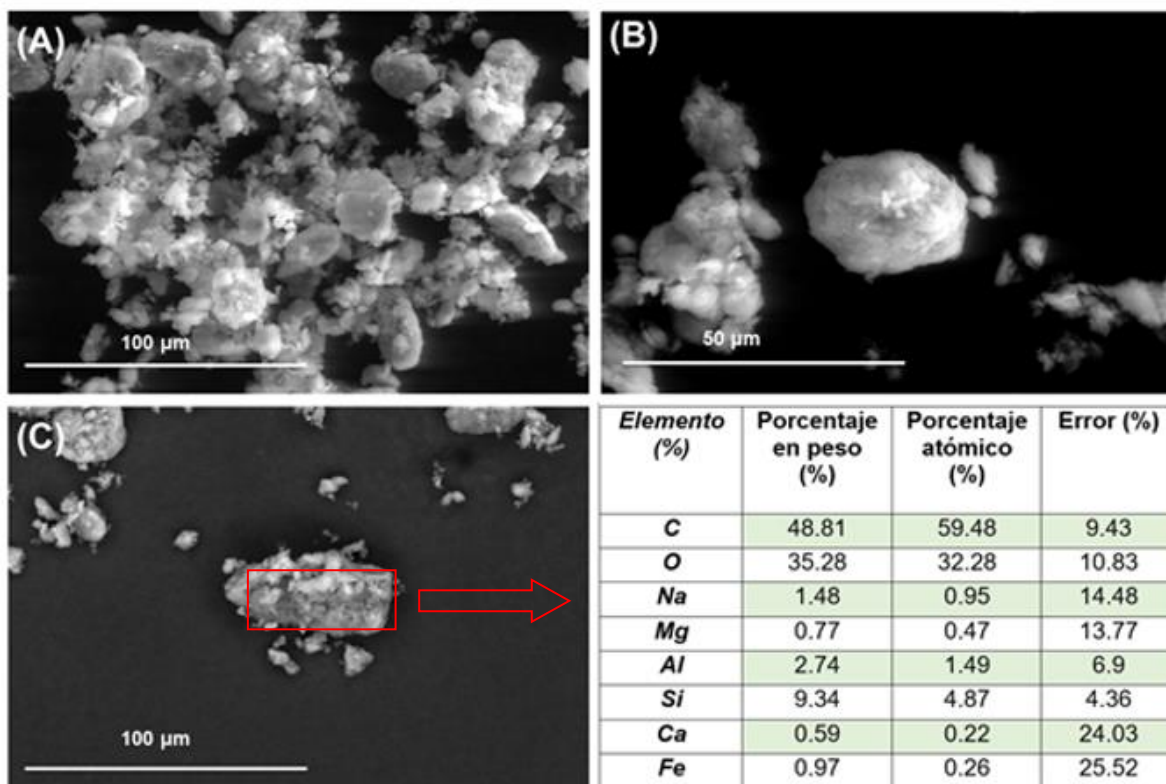
### 8.1 Caracterización de la arcilla

#### 8.1.1 Análisis Morfológico SEM

En las micrografías obtenidas se observa la morfología típica de una montmorillonita sódica sin modificar de acuerdo con la **Fig. 7**.

A bajos aumentos el material presenta una distribución de partículas heterogénea en tamaño, formando agregados irregulares que varían desde unas pocas micras hasta más de 20  $\mu\text{m}$ . Como puede verse en la **Fig. 7** a mayores aumentos se aprecia una textura rugosa y compacta. La apariencia de "hojuelas" o láminas apiladas (estratificadas) confirma que el material se encuentra en un estado no exfoliado (Pavlidou y Papaspyrides, 2008). La falta de separación entre las láminas indica que las fuerzas electrostáticas interlaminares mantienen las pilas de aluminosilicatos unidas, lo cual es característico de la MMT antes de cualquier tratamiento de expansión o exfoliación química (Alexandre y Dubois, 2000).

El espectro EDS realizado sobre los agregados de la arcilla se muestra en la tabla de la **Fig. 7** correspondiente a la micrografía de 1000x de electrones retrodispersados y confirman la composición química cualitativa y semicuantitativa esperada para una montmorillonita. Los picos predominantes de silicio (Si) y aluminio (Al) y es consistente con la estructura de un silicato de capa 2:1 (una lámina octaédrica de alúmina entre dos tetraédricas de silicio), también está la presencia de sodio (Na), magnesio (Mg) y calcio (Ca) lo que confirma que se trata de una arcilla con capacidad de intercambio catiónico, donde estos elementos se ubican en el espacio interlaminar para compensar las deficiencias de carga (Brigatti, 2013).



**Fig. 7 Micrografías de SEM de MMT sin exfoliar a diferentes magnificaciones (A) 1000x, (B) 2000x y (C) 1000x a su lado derecho una tabla con los resultados del análisis por EDS respectivo donde se detalla la composición química elemental de la muestra.**

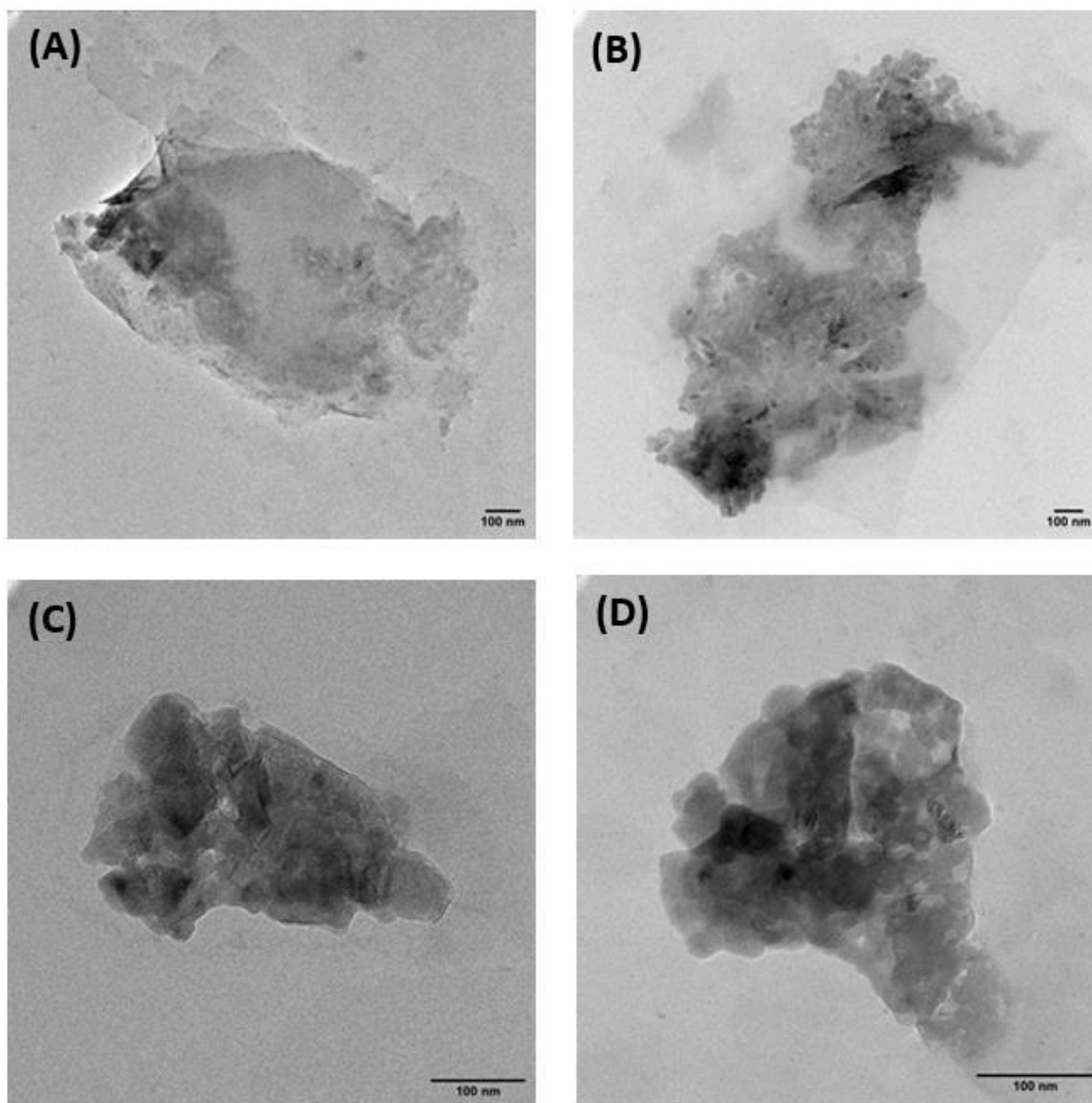
### 8.1.2 Análisis Morfológico TEM de la MMT exfoliada

Las micrografías obtenidas mediante en TEM (**Fig. 8 y 9** permiten evaluar de manera directa la morfología y el grado de laminación alcanzado en las muestras de arcilla tras el proceso de exfoliación.

Para la exfoliación con **punta ultrasónica**, las imágenes analizadas, evidencian la coexistencia de dos comportamientos morfológicos claramente diferenciados. Por un lado **Fig. 8 (A) y (B)** muestran un deshojamiento mientras que en **(C) y (D)** se muestran agregados. Esto se manifiesta a través de la presencia de estructuras bidimensionales extendidas y altamente translúcidas al haz de electrones, lo cual es un indicativo directo de un espesor delgado compuesto por pocas láminas individuales.

En el caso de los aglomerados, se observan partículas significativamente más densas y opacas a los electrones, correspondientes a los llamados tactoides (Dennis et al., 2001). Estos cúmulos mantienen la morfología rígida, angular y

compacta típica de la montmorillonita natural o mal intercalada, donde el espaciado basal no logró expandirse lo suficiente para permitir el desprendimiento de las capas.

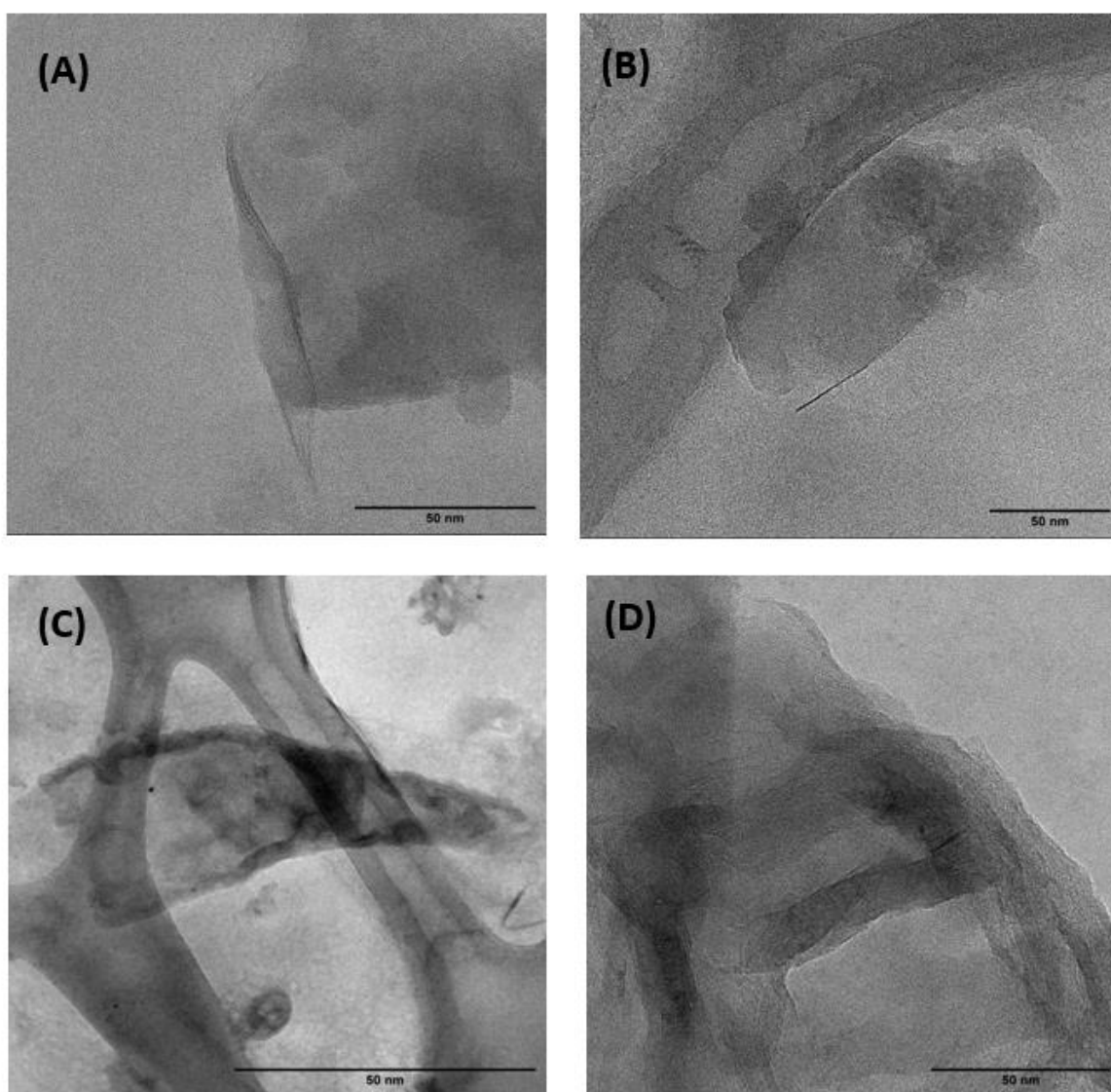


**Fig. 8 Micrografías de TEM para la arcilla exfoliada con punta ultrasónica.**

Las micrografías de TEM (**Fig. 9**) obtenidas del proceso de sonicación en **baño ultrasónico**, podemos decir que la sonicación mecánica indujo un proceso de deslaminación que es claramente visible en los bordes de los agregados (**Fig. 9 (A) y (B)**), mientras que (**C**) y (**D**) se logran ver láminas, pero apiladas. En las secciones intermedias de la composición, se detecta de manera sobresaliente la formación de láminas individuales delgadas. Estas estructuras exhiben una transparencia al haz de electrones muy elevada y bordes sumamente flexibles,

ondulados o semienrollados, lo cual es una evidencia fisicoquímica directa de que las fuerzas de Van der Waals que mantenían unidas las capas de la esmectita han sido debilitadas de forma efectiva por las ondas de cavitación (Zhu et al., 2019).

No obstante, las imágenes también ponen de manifiesto las limitaciones energéticas propias de un baño ultrasónico convencional frente a la fuerte atracción electrostática del aluminosilicato (Önal et al., 2003). En algunas regiones (como se observa en la primera **Fig 9 (D)**) persisten núcleos densos y compactos con morfologías opacas. Asimismo, se alcanzan a distinguir pequeños paquetes donde las láminas individuales se encuentran todavía parcialmente apiladas de manera escalonada (visibles como sutiles líneas oscuras paralelas en los extremos de las capas transparentes).



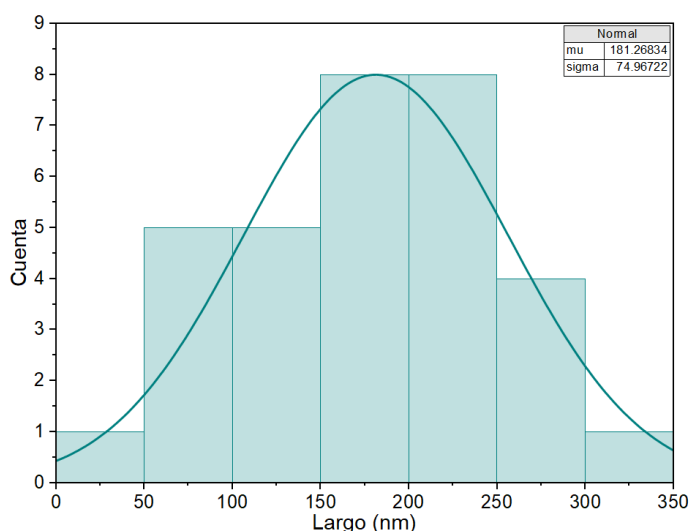
**Fig. 9** Micrografías de TEM para la arcilla exfoliada con baño ultrasónico.

Los rendimientos obtenidos para la exfoliación para el baño ultrasónico  $4.62 \pm 0.0113$  g/L, mientras que para la punta ultrasónica fue de  $2.77 \pm 0.7918$  g/L. Por lo que se puede observar que hay una mayor eficiencia para el baño ultrasónico, es decir se recupera mayor cantidad de material exfoliado.

#### 8.1.2.1 Distribución de tamaño de láminas de la MMT exfoliada

El análisis estadístico de la distribución del tamaño longitudinal de las nanoláminas de la **Fig. 10**, obtenido mediante el histograma y su ajuste Gaussiano, demuestra la efectividad del baño ultrasónico para reducir las dimensiones de la arcilla hacia la nanoescala. El sistema presenta un tamaño promedio 181.27 nm, registrando la mayor densidad de población en el intervalo de 150 a 250 nm. Este resultado confirma la transición exitosa de los agregados micrométricos de la montmorillonita original hacia nanoláminas delgadas.

Por otra parte, se determinó una desviación estándar de 74.97nm, lo que evidencia un sistema marcadamente polidisperso. Esta heterogeneidad es característica de la distribución indirecta de energía propia de los baños ultrasónicos convencionales.



**Fig. 10 Histograma de tamaños de lámina para la arcilla exfoliada con baño ultrasónico.**

El análisis del rendimiento del proceso de exfoliación determinó una concentración de 4.62 g/L para el método asistido por baño ultrasónico, en comparación con los 2.77 g/L obtenidos mediante la sonda de punta ultrasónica. Con base en estos resultados cuantitativos, se seleccionó el tratamiento por baño ultrasónico para las etapas posteriores de la investigación, ya que este método optimiza la recuperación de masa y permite disponer de una mayor cantidad de nanoláminas de arcilla modificada para los ensayos de adsorción.

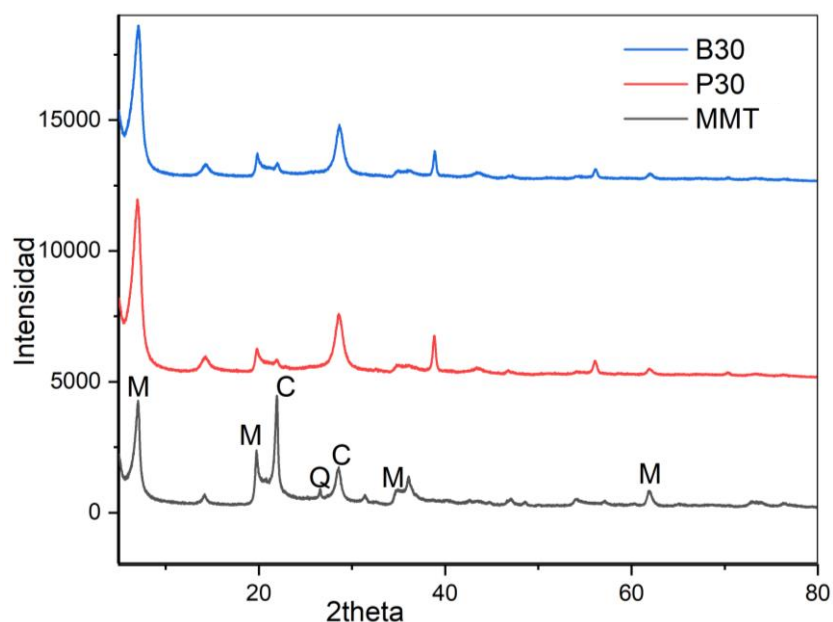
## 8.2 Difracción de Rayos X

El análisis de DRX de la arcilla sin tratar permitió identificar una composición mineralógica mixta. Se confirma que el material de partida se encuentra en un estado altamente ordenado y no exfoliado de acuerdo con la **Fig.11** bajo la leyenda MMT.

La muestra MMT (línea negra) exhibe un pico de difracción intenso y agudo en la región de ángulos bajos ( $2\theta \approx 7$ ). Este pico corresponde al plano cristalográfico (001) (Sinha Ray y Okamoto, 2003). Su intensidad y estrechez confirman que la arcilla se encuentra en un estado altamente ordenado y no exfoliado, con las láminas apiladas de forma periódica, mientras su posición sugiere un espaciado basal típico de una montmorillonita hidratada con cationes de sodio.

La **Fig.11** muestra el patrón de difracción de la muestra P30 la cual presenta un pico principal (001), acompañada de variaciones menores en la resolución de las reflexiones secundarias. Aunque la sonicación por punta transfiere energía localizada capaz de fragmentar los aglomerados detectados por SEM (**Fig.11**), este pico indica que el ordenamiento basal y la estructura laminar apilada se mantienen en gran medida. Este comportamiento sugiere que la energía del sistema fue insuficiente para inducir una exfoliación total, o bien, que ocurrió una reagregación de las láminas tras el proceso de dispersión (Pavlidou y Papaspyrides, 2008).

Se observa para la muestra B30 una disminución en la intensidad del pico principal en comparación con la MMT original, esta reducción de la intensidad y el ensanchamiento del pico (001) son indicadores de exfoliación parcial o desorden estructural. El baño ultrasónico, al aplicar energía de forma más uniforme en todo el volumen del líquido durante 30 minutos (Poli et al., 2008), parece ser más efectivo para "despegar" las láminas de la MMT, rompiendo la periodicidad del cristal y facilitando la obtención de una estructura más dispersa.



**Fig. 11 Difracción de Rayos X para muestra de arcilla sin tratar (MMT), y para la exfoliada con punta (P30) y Baño (B30). Donde M representa montmorillonita de sodio, Q cuarzo y C cristobalita (Vargas et al., 2008).**

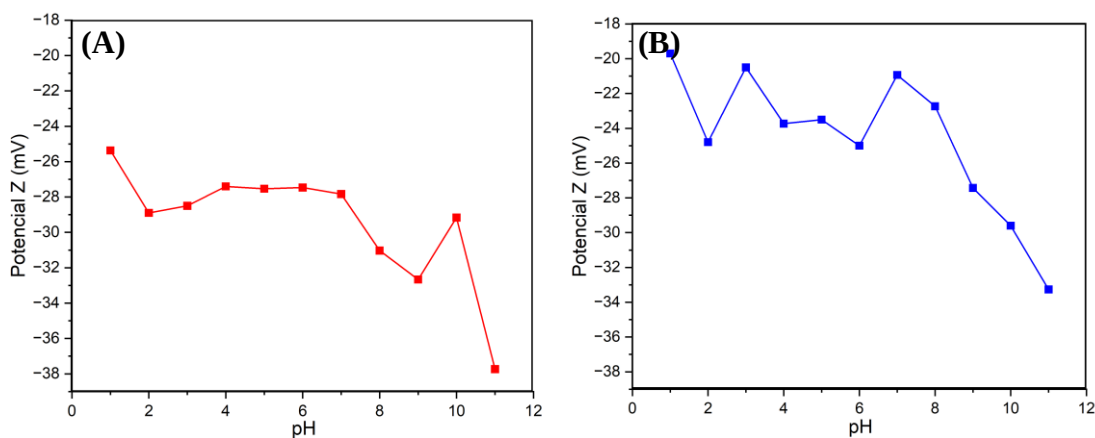
### 8.3 Análisis de carga superficial

La determinación del potencial Z permitió caracterizar la carga superficial y la estabilidad coloidal de la montmorillonita en sus estados natural y exfoliado. En la Figura X, se observa que ambas muestras presentan un potencial Z negativo en el rango de pH evaluado (1.0 a 11.0). Este comportamiento confirma que la carga negativa estructural, derivada de la sustitución isomórfica en las láminas de la arcilla (sustitución de  $\text{Al}^{3+}$  por  $\text{Mg}^{2+}$  en la capa octaédrica), predomina sobre las cargas variables de los bordes, manteniéndose independientemente de las variaciones de pH del medio (Bergaya, 2013).

Para la MMT sin tratamiento, los valores de potencial Z oscilaron entre -25.3 mV y -37.8 mV (**Fig. 12 (A)**), indicando una estabilidad coloidal moderada-alta. Tras el proceso de exfoliación (**Fig. 12 (B)**), se observó un ligero desplazamiento hacia valores menos negativos en el rango ácido-neutro (-19.6 mV a -33.3 mV). Esta variación puede atribuirse a la mayor exposición de los bordes de las láminas tras la separación de los tactoides, donde la protonación de los grupos funcionales aluminol ( $\text{Al-OH}$ ) y silanol ( $\text{Si-OH}$ ) compensa parcialmente la carga negativa de las caras (Lagaly, 2013).

De acuerdo con los criterios de estabilidad de Hunter (Bhattacharjee, 2016) una suspensión coloidal se considera estable cuando la potencial Z supera los 30 mV. En este sentido, ambos materiales alcanzan su máxima estabilidad en condiciones alcalinas ( $\text{pH} > 8.0$ ), donde la desprotonación de los grupos hidroxilo periféricos

incrementa las fuerzas de repulsión electrostática, minimizando la formación de agregados o flóculos (Tombácz y Szekeres, 2004).



**Fig. 12 Gráficos de potencial Z: (A) arcilla sin exfoliar y (B) arcilla exfoliada.**

#### 8.4 Fisisorción con N<sub>2</sub>

En la **tabla 3** se presentan los resultados del análisis de fisisorción de nitrógeno para la arcilla antes y después del tratamiento de exfoliación. La montmorillonita presentó un área superficial específica (BET) de 30.74 m<sup>2</sup>/g, con un volumen de poro de 0.208 cm<sup>3</sup>/g y un diámetro de poro de 20.00 nm, valores que se encuentran dentro del rango reportado para bentonitas comerciales (Grim y Guven, 1978).

Tras el proceso de exfoliación en la MMT se observó una disminución en el área superficial a 10.78 m<sup>2</sup>/g y una reducción significativa en el tamaño de poro a 5.77 nm. Este fenómeno sugiere un reordenamiento estructural o una re-agregación de las láminas exfoliadas durante el proceso de secado o preparación de la muestra para el análisis de fisisorción. Asimismo, la reducción del diámetro de poro de 20.00 nm a 5.77 nm indica una transición de una estructura mayoritariamente macroporosa/mesoporosa ancha hacia una estructura de mesoporos más estrechos (Thommes et al., 2015).

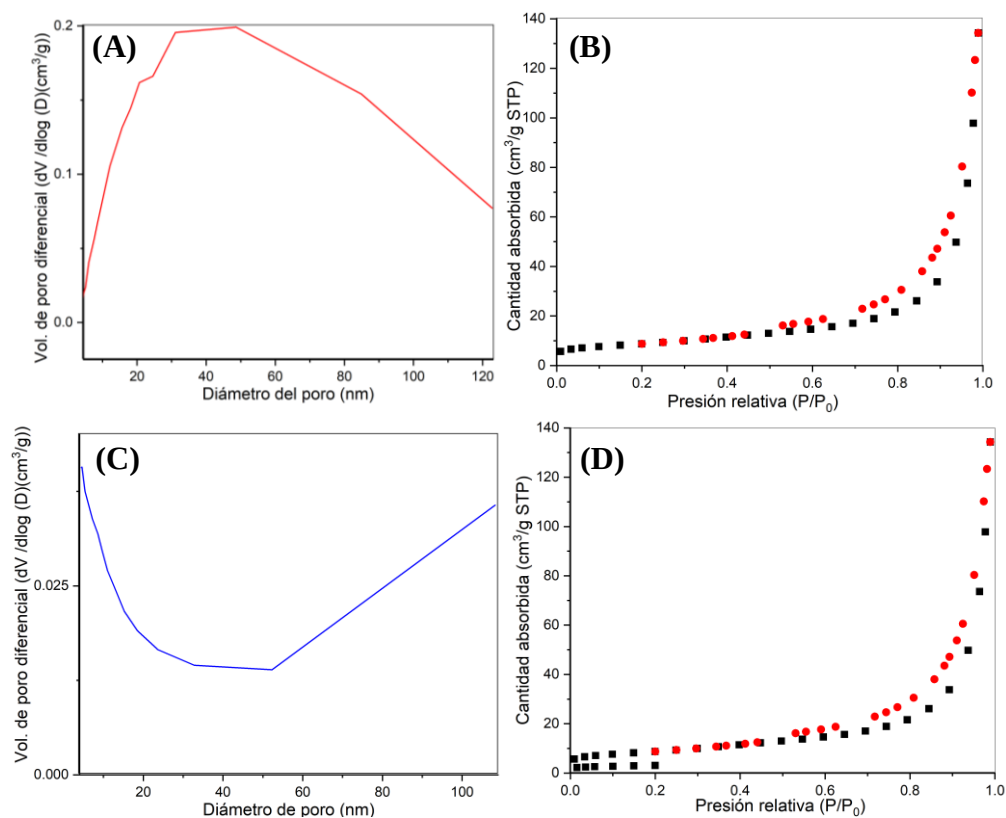
**Tabla 3. Parámetros texturales de la montmorillonita sódica natural (MMT) y exfoliada (MMT Exfoliada) determinados por fisisorción de N<sub>2</sub> BET y BJH.**

| Muestra       | BET                                  | BJH                                  |                     |
|---------------|--------------------------------------|--------------------------------------|---------------------|
|               | Área superficial (m <sup>2</sup> /g) | Volumen de poro (cm <sup>3</sup> /g) | Tamaño de poro (nm) |
| MMT           | 30.7403                              | 0.208339                             | 20.0044             |
| MMT Exfoliada | 10.7809                              | 0.079617                             | 5.7763              |

Las isotermas de adsorción-desorción obtenidas para la MMT y su contraparte exfoliada (**Fig. 13**) se clasifican como tipo IV, con un ciclo de histéresis tipo H3, de acuerdo con las recomendaciones de la IUPAC. Este perfil es característico de materiales mesoporosos formados por agregados de partículas laminares que generan poros en forma de hendidura (Thommes et al., 2015).

De acuerdo con la **tabla 3** la distribución de tamaño de poro calculada mediante el método BJH revela una transformación estructural significativa tras el tratamiento ultrasónico. La MMT original presenta una porosidad heterogénea con diámetros entre 20 y 60 nm, asociados a los espacios macroscópicos entre los paquetes de láminas. Sin embargo, la muestra exfoliada muestra un desplazamiento hacia la región de mesoporos estrechos (< 6 nm) como se observa en la **Fig. 13 (A)** (Thommes et al., 2015).

Este fenómeno se atribuye a un reordenamiento de las láminas tras la exfoliación; al eliminarse los grandes agregados, las láminas individuales tienden a formar una estructura más compacta durante el secado, lo que incrementa la uniformidad de los poros interlaminares a pesar de la reducción del volumen total (Bergaya, 2013). Esta nueva configuración porosa es altamente relevante para la difusión de moléculas pequeñas como el metronidazol, cuyo diámetro cinético es significativamente menor al tamaño de poro promedio obtenido (Sing, 2001).



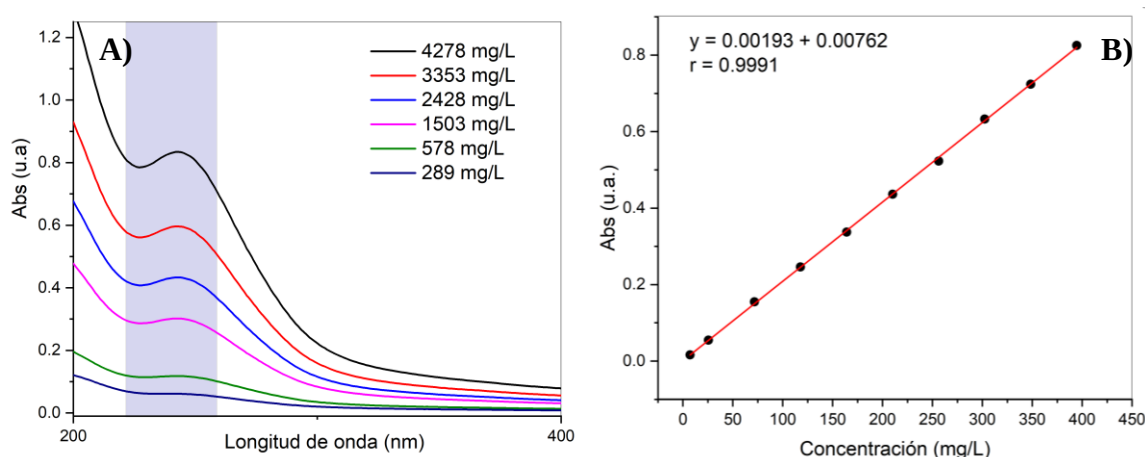
**Fig. 13 Gráficos de análisis BET. (A) Distribución del tamaño de poro y (B) Isotherma de adsorción - desorción de N<sub>2</sub>, para arcilla sin tratamiento; (C) Distribución del tamaño de poro y (D) Isotherma de absorción y desorción de N<sub>2</sub> para arcilla exfoliada.**

## 8.5 Curvas de calibración

### 8.5.1 Curva de calibración de la MMT

Como se observa en la **Fig. 14 (B)** también se realizó una curva de calibración de MMT para posteriores análisis cuantificar la cantidad de arcilla, se llevó a cabo en un pH 6.

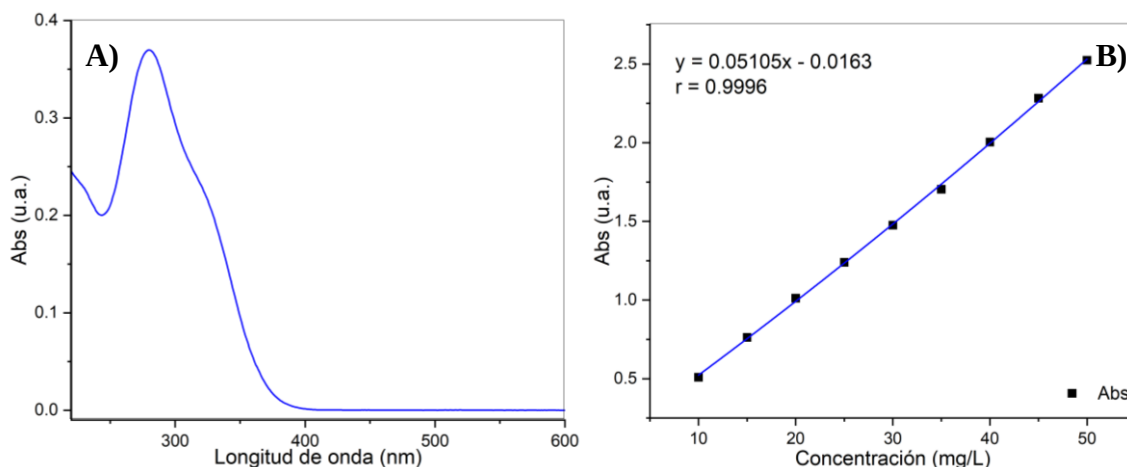
El análisis de la arcilla sin exfoliar que se muestra en la **Fig. 14 (A)** se atribuye específicamente a transiciones electrónicas por transferencia de carga entre los átomos de oxígeno y cationes metálicos (como  $\text{Fe}^{3+}$ ) presentes en la capa octaédrica de la arcilla (Karickhoff y Bailey, 1973). La morfología altamente ordenada y no exfoliada del material, confirmada por la caracterización mineralógica, contribuye a la dispersión de la luz observada en la línea base del espectro, sin comprometer la proporcionalidad de la señal respecto a la concentración (Heller, 1957).



**Fig. 14 (A) Espectro UV-Vis de la Montmorillonita de sodio en un rango de 200 a 400 nm (B) Curva de calibración de la MMT pH 6.**

### 8.5.2 Curva de calibración de la MTZ

Con el propósito de cuantificar con precisión la cantidad de Metronidazol (MTZ) remanente en las soluciones tras el proceso de contacto con la arcilla MMT, se realizó una curva de calibración a pH 2 como se observa en la **Fig. 15**. El análisis de la pendiente ( $m = 0.05105$ ) representa la sensibilidad del método analítico mientras que la mínima desviación de la ordenada  $-0.0163$  sugiere una interferencia despreciable en el blanco. La curva abarca concentraciones desde 10 mg/L hasta 50 mg/L.



**Fig. 15 (A) Espectro UV-Vis del MTZ a 12.5 mg/L en un rango de 200 a 400 nm (B) Curva de calibración de la MTZ a pH 2.**

## 8.6. Pruebas de absorción

Se evaluó la influencia de la masa del absorbente empleando 10, 20 y 40 mg de montmorillonita sin exfoliar disueltos en 10 ml de una solución de metronidazol con una concentración inicial de 12.5 mg/L. Tras el análisis, se seleccionó una masa de 10 mg para las etapas posteriores, con el fin de optimizar el uso del material sin comprometer la capacidad de remoción. Considerando que el MTZ posee un pKa de aproximadamente 2.6 (Calabrese et al., 2013) su interacción con la superficie cargada negativamente de la arcilla está fuertemente condicionada por el pH del medio. En consecuencia, se procedió a evaluar el sistema bajo condiciones extremas de pH 2 y pH 10 para explorar el efecto de la protonación de la molécula y la variación de la densidad de carga en los sitios activos de la MMT (Corbin et al., 2021).

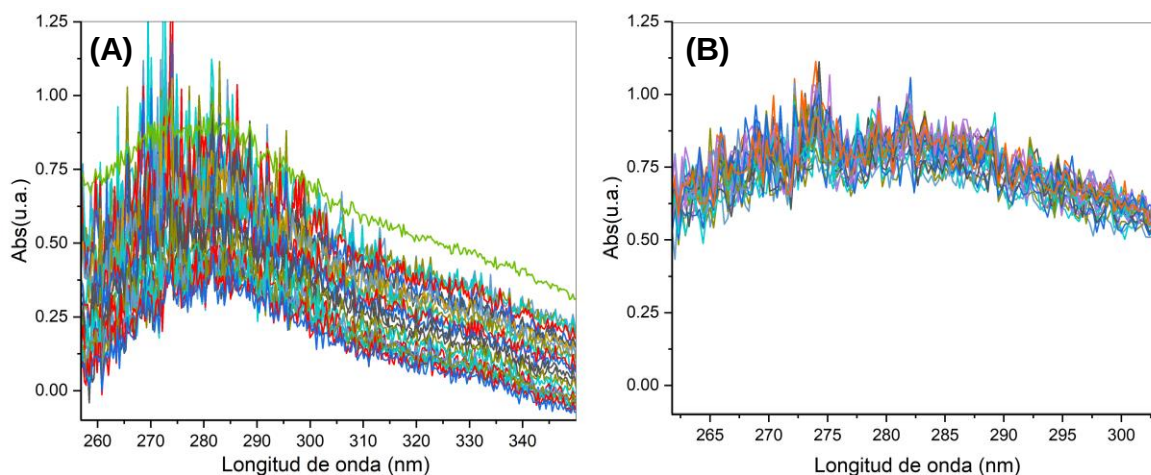
### 8.6.1 Absorción de MTZ en MMT *in situ*

De acuerdo con la **Fig. 16** se observa una tendencia de disminución para la arcilla sin tratar al tener valores de absorbancias menores, es decir, hay una disminución en intensidad la longitud de onda del MTZ, comparado con la muestra sin tratar, que tiene valores mayores de absorción.

Los espectros presentan una fluctuación. Este fenómeno se debe a que, al realizarse la medición *in situ*, la suspensión de arcilla se mantiene en un estado dinámico dentro de la celda de lectura.

Por otro lado las interferencias en forma de picos erráticos son consecuencia directa de la dispersión de micropartículas de MMT que permanecen suspendidas

durante las dos horas de monitoreo (Prasad et al., 2024). En las muestras exfoliadas, el ruido es más persistente. Esto indica que el proceso de exfoliación incrementó efectivamente la separación de las láminas, generando partículas de menor tamaño que tardan más en sedimentar, aumentando así la turbidez de la solución y dificultando la obtención de su línea base.



**Fig. 16 MTZ expuesto a MMT a pH 2 *in situ* (A) MMT sin in tratamiento y (B) MMT exfoliada.**

### 8.6.2 Absorción de MTZ en MMT *ex situ*

La evaluación de absorción se llevó a cabo utilizando en la arcilla sin tratamiento y exfoliada se realizó mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Remoción} = \left( \frac{C_o - C_e}{C_o} \right) 100$$

Donde  $C_o$  es la concentración inicial y  $C_e$  es la concentración final, es decir pasadas las 24 h (Castelar et al., 2017).

Los resultados se pueden observar en la **tabla 4**, a las 24 horas se obtuvo una absorción de  $21.99 \pm 7.5\%$  para la arcilla sin tratar mientras que para la exfoliada se obtuvo un valor de  $8.2 \pm 1.4\%$ .

**Tabla 4. Seguimiento de la remoción de MTZ en arcilla sin tratamiento.**

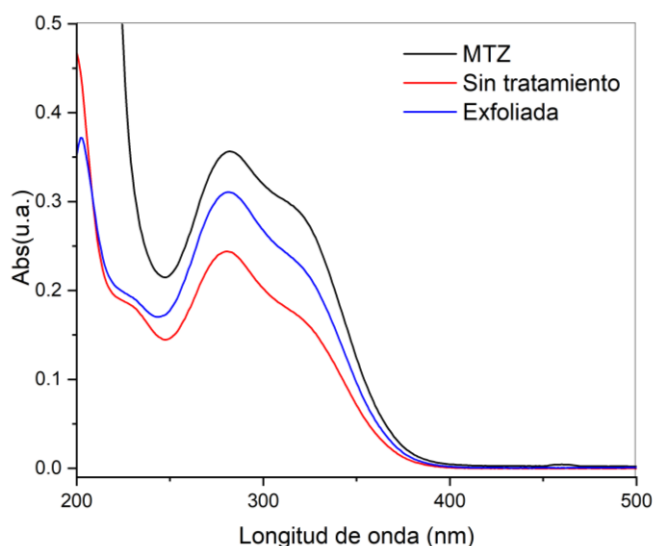
| Tiempo (h) | Remoción (%)    |           |
|------------|-----------------|-----------|
|            | Sin tratamiento | Exfoliada |
| 24 h       | 21.99 ± 7.5     | 8.2 ± 1.4 |

### 8.6.2.1 Pruebas con nanohojas en suspensión

Tras observar que la arcilla sin tratamiento presentaba un desempeño superior a la exfoliada en estado seco, se realizó un ensayo de control para determinar si el proceso de recuperación del material (secado en estufa) influía en la pérdida de sitios activos. Para ello, se comparó la absorción utilizando una suspensión de láminas exfoliadas que nunca fueron sometidas a secado frente a la MMT.

Como se observa en la **Fig. 17**, la muestra sin exfoliar presenta la absorbancia más baja en el máximo de 290-310 nm lo que indica una mayor absorción de MTZ en comparación con la exfoliada. Aunque el uso de láminas que permanecieron en estado coloidal mejoró la eficiencia respecto a los ensayos previos con material seco, la montmorillonita natural continuó mostrando la mayor capacidad de remoción neta.

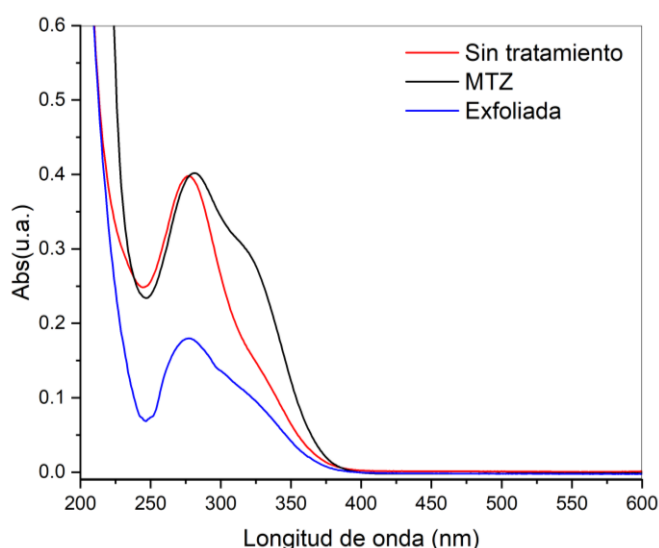
Sin embargo, el hecho de que la curva de la arcilla sin tratamiento (roja) se mantenga como la más baja del espectro confirma que la estructura nativa del mineral posee una afinidad intrínseca superior por el metronidazol a pH 2. Este comportamiento indica que la densidad de carga superficial y la estabilidad de la MMT son óptimas para la captura de este contaminante en estas condiciones.



**Fig. 17 MTZ expuesto a MMT a pH2 para arcilla exfoliada (sin ser secada) y para la arcilla sin tratamiento.**

### 8.6.2.2 Influencia de la centrifugación y el estado de exfoliación en la remoción de MTZ

El espectro de la **Fig. 18** sugiere que la superioridad del material exfoliado en esta prueba está ligada a la concentración de masa efectiva en el medio de reacción. Al emplear una centrifugación menos vigorosa (3600 rpm) para el material exfoliado, se favoreció la permanencia de láminas individuales en suspensión, maximizando los sitios de interacción disponibles. En contraste, la arcilla sin tratamiento, al ser sometida a una mayor energía de sedimentación (6500 rpm) y poseer una estructura más densa, presentó una menor área de contacto efectiva, lo que resultó en la notable diferencia de remoción observada. Este hallazgo confirma que la eficiencia del sistema no depende solo de la naturaleza del absorbente, sino de la masa presente en la suspensión.



**Fig. 18 MTZ expuesto a MMT a pH 2 para arcilla exfoliada y sin tratamiento para observar el efecto de la centrifugación.**

### 8.7 Ciclos de absorción y desorción

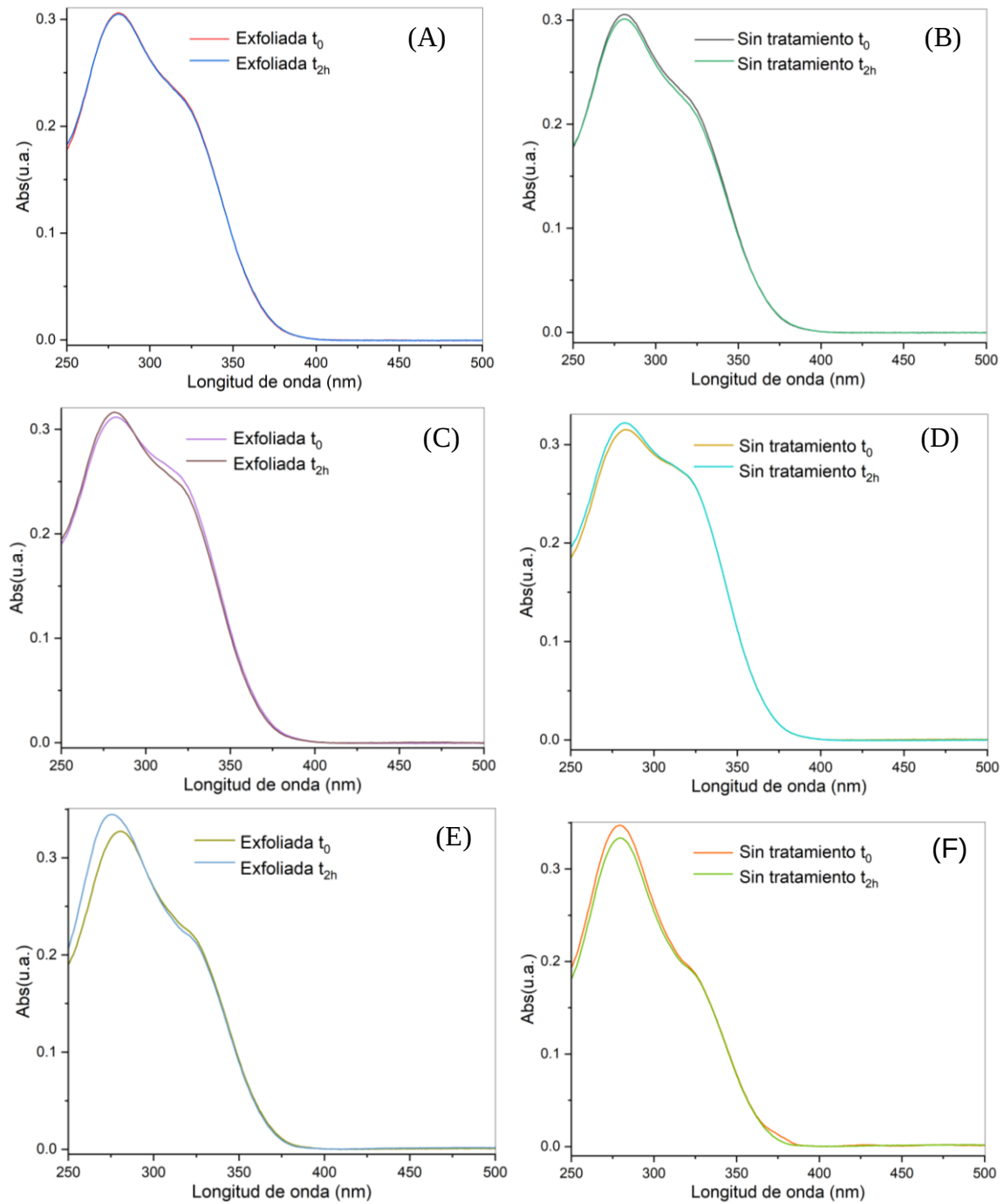
La evaluación de la capacidad de reusabilidad de los absorbentes mediante ciclos de absorción (pH 2) y desorción (pH 10) reveló una eficiencia de remoción significativamente menor en comparación con los ensayos de equilibrio de 24 horas. En el primer ciclo, la muestra sin tratamiento alcanzó una absorción del 1.95%, superando ligeramente al material exfoliado, el cual registró un 1.30%. Este comportamiento inicial sugiere que, bajo condiciones de ciclos rápidos, la MMT natural conserva una mayor densidad de sitios activos accesibles, mientras que el proceso de exfoliación podría estar generando una inestabilidad estructural que limita la interacción inmediata con el MTZ.

Se observó una degradación progresiva de la capacidad adsorptiva en ambos materiales conforme avanzaron los ciclos experimentales. Para el tercer ciclo, la remoción en la muestra exfoliada descendió drásticamente hasta el 0.35%, representando una pérdida de casi el 73% de su capacidad inicial, mientras que la muestra sin tratamiento mantuvo una retención marginalmente superior del 0.94%. Esta tendencia decreciente indica una fatiga del adsorbente, probablemente causada por una absorción irreversible o histéresis, donde parte de las moléculas de fármaco quedan retenidas permanentemente en el espacio interlamilar, bloqueando los sitios de intercambio para ciclos posteriores. Los espectros de absorción se pueden observar en la **Fig. 19**.

A continuación, se muestra en la **tabla 5**, los resultados de los porcentajes de MTZ que absorbieron las arcillas, la exfoliada (segunda columna) y la que no fue tratada (tercera columna).

**Tabla 5. Porcentajes de MTZ absorbida para la arcilla exfoliada y sin tratar.**

| <b>Ciclo</b> | <b>Porcentaje de MTZ expuesto a MMT exfoliada</b> | <b>Porcentaje de MTZ expuesto a MMT sin tratamiento</b> |
|--------------|---------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|
| <b>1</b>     | 1.30%                                             | 1.95%                                                   |
| <b>2</b>     | 0.90%                                             | 1.73%                                                   |
| <b>3</b>     | 0.35%                                             | 0.94%                                                   |



**Fig. 19** Espectros para arcilla exfoliada, (A) 1er ciclo (C) 2º ciclo, (E) 3er ciclo. Espectros de absorción de MTZ en arcilla sin tratar: (B) 1er ciclo (D) 2º ciclo, (F) 3er ciclo.

La baja eficiencia en la regeneración puede atribuirse al efecto de los cambios drásticos de pH sobre la estructura de la arcilla. El uso de agentes alcalinos para elevar el pH a 10 no solo desprotona al MTZ para inducir su liberación (Tombácz y Szekeres, 2004), sino que introduce cationes (como  $\text{Na}^+$  que pueden favorecer el re-apilamiento de las láminas de la MMT (Maranha et al., 2022). Este fenómeno de agregación reduce el área superficial efectiva y dificulta que el adsorbente recupere su porosidad original, explicando así la pérdida de eficacia sistemática observada en el monitoreo de los tres ciclos.

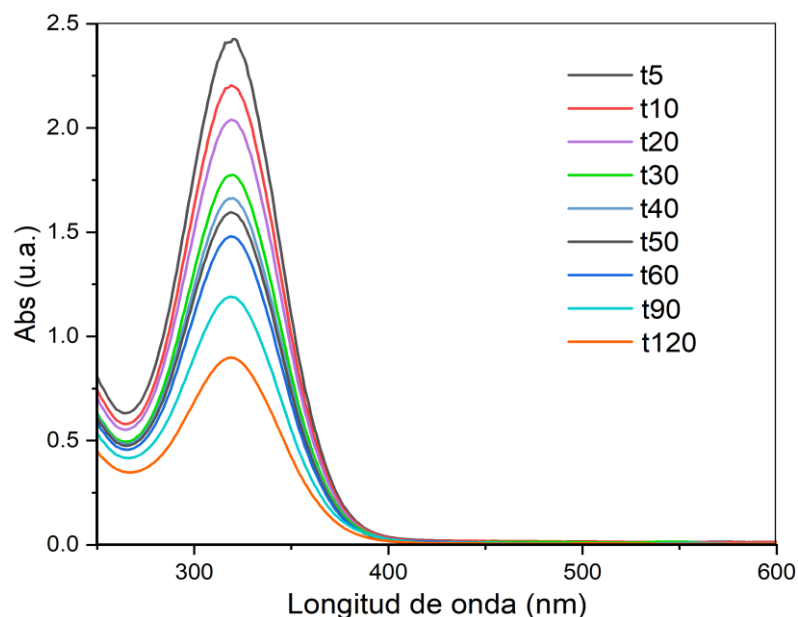
## 8.8 Degradación foto-Fenton de MTZ

El seguimiento espectrofotométrico de la fotodegradación del metronidazol se muestra en la **Fig. 20** y se observa una disminución drástica y progresiva de la banda de absorción característica situada a 320 nm (Silva et al., 2010) . El sistema foto-Fenton asistido por luz solar y citrato logró una reducción de la absorbancia de aproximadamente 0.9 a menos de 0.1 u.a. en 120 minutos. Este fenómeno confirma la transformación química de la molécula de MTZ en subproductos de degradación más sencillos, evidenciando la alta eficiencia del radical hidroxilo ( $\text{OH}^\cdot$ ) generado en el sistema (Shemer et al., 2006) .

La cinética de fotodegradación exhibe una velocidad de reacción superior durante los primeros 30 minutos (curvas de  $t_0$  a  $t_{30}$ ; el subíndice representa los minutos) periodo en el cual se consume la mayor parte del fármaco. Este comportamiento se explica por la presencia de luz solar, cuya fracción de radiación UV-A proporciona la energía de activación necesaria para la fotorreducción del hierro  $\text{Fe}^{3+}$  a  $\text{Fe}^{2+}$  (Silva et al., 2010), cerrando el ciclo catalítico y permitiendo una generación continua de radicales libres.

La adición de citrato como agente quelante desempeña un papel crucial, ya que forma complejos con el hierro que son fotoactivos a pH más cercanos a la neutralidad, evitando la precipitación del catalizador y manteniendo la eficiencia del sistema durante las dos horas de exposición (Shemer et al., 2006b). Es notable observar que conforme desaparece el pico de 320 nm, no se detecta la aparición de nuevas bandas de absorción intensas en la región del ultravioleta cercano, lo que sugiere no solo la ruptura del anillo imidazol del fármaco, sino una posible mineralización parcial o la formación de intermediarios con menor actividad cromófora.

El sistema catalítico de sulfato ferroso/peróxido de hidrógeno bajo luz solar demuestra ser una alternativa tecnológica superior para la eliminación definitiva de contaminantes emergentes en comparación con los métodos de separación física convencionales.



**Fig. 20 Espectro UV-Vis del MTZ de la fotodegradación a diferentes minutos.**

## 8.9 Demostración de la fotodegradación

### 8.9.1 Determinación de la Concentración Mínima Inhibitoria

Para evaluar la actividad antimicrobiana del metronidazol en sus diferentes estados, se determinó la CMI mediante el método de macrodilución en tubo, de acuerdo con la **Fig. 21** se muestra la serie de diluciones consecutivas preparadas en los tubos 1 al 7. Asimismo, se presentan los controles experimentales identificados como Cr (testigo de turbidez de la mezcla de caldo con medicamento), Cr+ (control positivo de crecimiento: caldo con *E. coli*), Cr- (control de inhibición: antibiótico con cultivo bacteriano) y CrE (control de esterilidad: caldo nutritivo solo), respectivamente.

Se reveló lo siguiente, para el MTZ sin degradar: se observa que el punto de corte sin el desarrollo aparente se encuentra en el tubo número 1.

MTZ degradado: no existe punto de corte pues hubo desarrollo en todos los tubos.

De manera homóloga, en la serie correspondiente al fármaco se observó que el tubo 1 que corresponde al 50% de la concentración inicial mantuvo la misma similitud que el tubo control MTZ + caldo sin indicios visuales de crecimiento bacteriano.

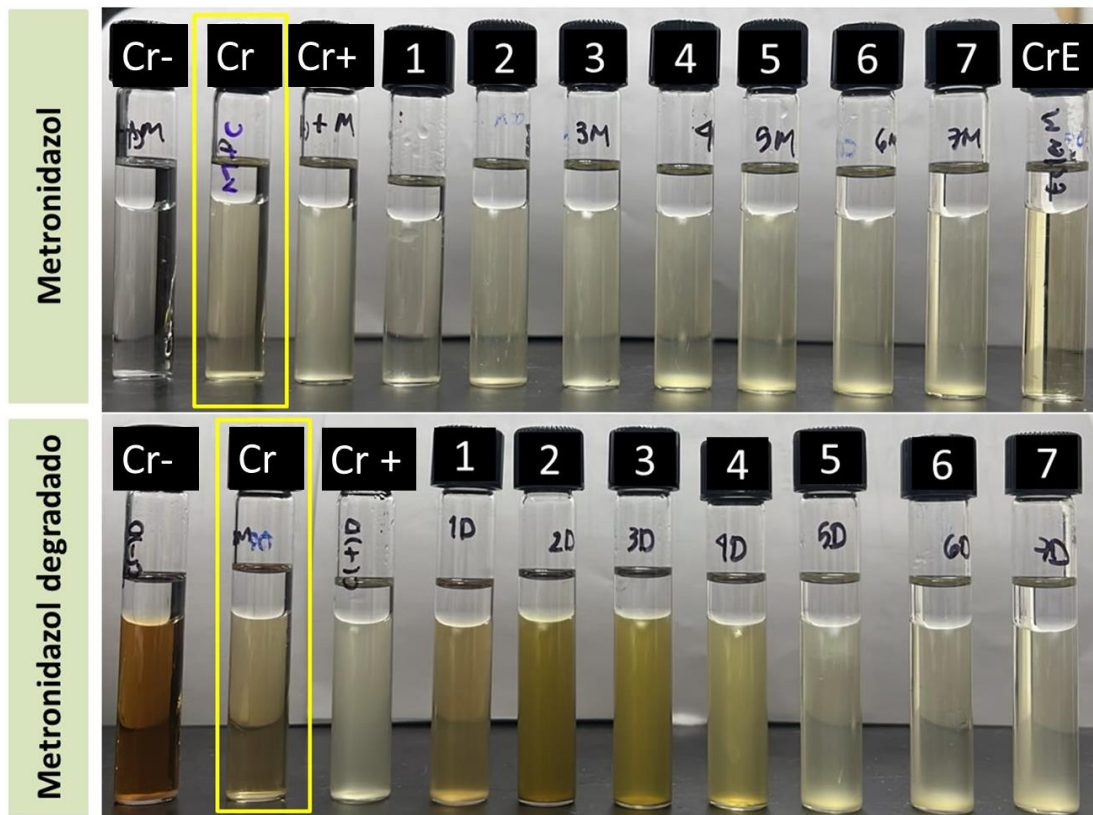


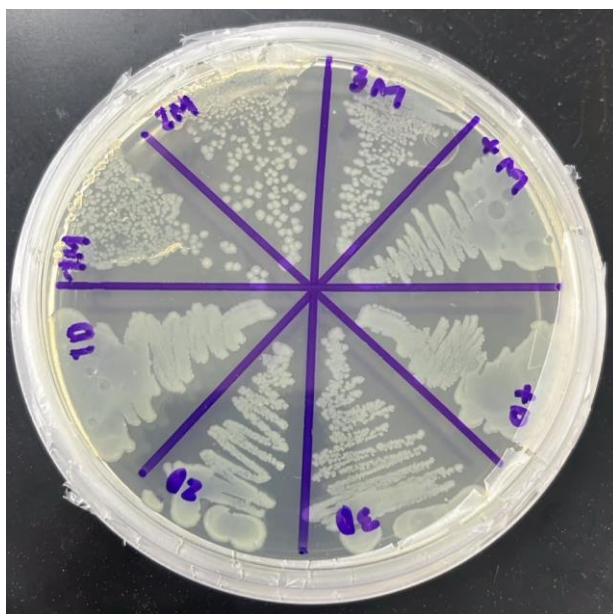
Fig. 21 Tubos de la CMI para MTZ y para el MTZ degradado.

### 8.9.2 Determinación de la Concentración Mínima Bactericida (CMB)

Se observa en la **Fig. 22** como hay un desarrollo menor de colonias si se compara 1M (tubo 1 de la CMI del MTZ) comparado con 1D (tubo 1 de la CMI del MTZ degradado). Esta tendencia se repite para los primeros Tubos de la CMI. como se muestra en la **Fig. 22**, estos ejercerían un efecto inhibitorio sobre el metabolismo bacteriano, impidiendo el desarrollo de colonias tras su inoculación en el medio sólido.

Lo anterior demuestra que hubo una degradación de MTZ, debido a una desnitrificación y la ruptura del anillo imidazol generada por los radicales hidroxilos, que rompen los enlaces del grupo nitro además de la apertura del anillo (Pignatello et al., 2006).

Específicamente, se observó una notable diferencia en las bandas de FTIR para el sobrenadante degradado y sin degradar (ver **anexo 1**). En las bandas localizadas en  $1340\text{ cm}^{-1}$  y  $1314\text{ cm}^{-1}$ , correspondientes a la tensión simétrica del grupo nitro ( $-\text{NO}_2$ ), lo cual sugiere un mecanismo de desnitración de la molécula de metronidazol. Asimismo, las bandas en  $1479\text{ cm}^{-1}$  (deformación de los grupos  $-\text{CH}_2$  y  $-\text{CH}_3$  y  $1100\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento del enlace C-O) presentaron diferencias en su intensidad. Estas variaciones evidencian que el ataque de los radicales hidroxilos ocurrió de manera prioritaria sobre las cadenas laterales alifáticas del fármaco, promoviendo la desestructuración de sus principales sustituyentes funcionales (Kumar, 2015).



**Fig. 22** Siembra en agar de la CMI donde D corresponde al MTZ degradado y M al MTZ sin degradar.

## 9. Conclusiones

Se validó de manera exitosa el proceso de exfoliación de la montmorillonita mediante dos técnicas de exfoliación ultrasónica, destacando por su mejor rendimiento el baño ultrasónico.

Se comparó la capacidad de absorción de la arcilla exfoliada y sin exfoliar, y se concluyó que la MMT no exfoliada mostró una mayor eficiencia de absorción en comparación con la exfoliada.

Se logró identificar que el mecanismo principal de absorción se rige por interacciones electrostáticas entre la MMT y el MTZ, así mismo las pruebas de absorción-desorción demostraron que la arcilla posee una capacidad de reusabilidad durante tres ciclos, validando el proceso desde una perspectiva sustentable.

La aplicación de la reacción de fotodegradación demostró ser una alternativa eficaz para tratar el residuo peligroso post absorción-desorción.

Se demostró la pérdida de actividad bacteriana de MTZ posterior a su degradación, lo que demostró una reducción en cuanto a su toxicidad contra bacterias ambientales como E.coli.

## 10. Perspectivas a futuro

Como perspectivas a futuro se considera optimizar las técnicas de exfoliación mediante un diseño de experimentos que involucre variaciones en las concentraciones y en los tiempos de este proceso, así como en los tiempos y velocidades de centrifugación.

Asimismo, se propone mejorar la cuantificación del metronidazol mediante el análisis por cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas para medir las concentraciones antes y después de la exposición del fármaco a la montmorillonita, al igual que los subproductos generados en el proceso foto-Fenton.

Por otra parte, resulta de gran interés escalar el estudio utilizando muestras provenientes de efluentes de plantas de tratamiento o aguas residuales.

Con el propósito de incrementar el porcentaje de remoción, se sugiere evaluar procesos de activación o funcionalización química de la montmorillonita, potenciando así la capacidad de retención y absorción de las moléculas del contaminante.

De igual manera, se plantea explorar la intercalación de sales de amonio cuaternario o polímeros para aumentar la afinidad química entre el absorbente y los contaminantes emergentes.

Finalmente, respecto a la fotodegradación mediante el proceso foto-Fenton, se considera conveniente sustituir la exposición a la luz solar directa por un sistema fotorreactor con radiación ultravioleta-visible controlada y medición de irradiancia, además de evaluar la toxicidad del residuo de la degradación en otros tipos de células y microorganismos.

## 11. Referencias bibliográficas

- Abdikamalova, A., Zhuraeva, F., Ibodullayeva, S., Eshmetov, I., y Sharipova, A. (2023). Research of the activity of Fe-pillared montmorillonites in aqueous dye solution. *E3S Web of Conferences*, 390, 05025. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202339005025>
- Acuña, J. D., Borja, F., Herrera, M., y López Zavala, M. Á. (2025). Current situation of emerging contaminants in Mexican waters and treatment perspectives. *Current Opinion in Environmental Science y Health*, 46, 100636. <https://doi.org/10.1016/j.coesh.2025.100636>
- Adil, M., Iqbal, W., Adnan, F., Wazir, S., Khan, I., Khayam, M. U., Kamal, M. A., Ahmad, S., Ahmed, J., y Khan, I. N. (2018). Association of Metronidazole with Cancer: A Potential Risk Factor or Inconsistent Deductions? *Current Drug Metabolism*, 19(11), 902–909. <https://doi.org/10.2174/1389200219666180329124130>
- Aguilar, A., de León-Martínez, L. D., Forgiionny, A., Acelas Soto, N. Y., Mendoza, S. R., y Zárate-Guzmán, A. I. (2023). A systematic review on the current situation of emerging pollutants in Mexico: A perspective on policies, regulation, detection, and elimination in water and wastewater. *Science of The Total Environment*, 905, 167426. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.167426>
- Akpotu, S. O., Diagboya, P. N., Lawal, I. A., Sanni, S. O., Pholosi, A., Peleyeju, M. G., Mtunzi, F. M., y Ofomaja, A. E. (2023). Designer composite of montmorillonite-reduced graphene oxide-PEG polymer for water treatment:

- Enrofloxacin sequestration and cost analysis. *Chemical Engineering Journal*, 453, 139771. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2022.139771>
- Alexandre, M., y Dubois, P. (2000). Polymer-layered silicate nanocomposites: Preparation, properties and uses of a new class of materials. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 28(1), 1–63. [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(00\)00012-7](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(00)00012-7)
- Bai, H., Zhao, Y., Wang, W., Zhang, T., Yi, H., y Song, S. (2019). Effect of interlayer cations on exfoliating 2D montmorillonite nanosheets with high aspect ratio: From experiment to molecular calculation. *Ceramics International*, 45(14), 17054–17063. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.05.257>
- Ban, Z. H., Keong, L. K., y Shariff, A. M. (2014). Physical absorption of CO<sub>2</sub> capture: A review. *Adv. Mater. Res.*, 917, 134–143. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.917.134>
- Bate, B., y Burns, S. E. (2010). Effect of total organic carbon content and structure on the electrokinetic behavior of organoclay suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 343(1), 58–64. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2009.11.009>
- Bergaya, F. (2013). *Handbook of Clay Science* (2nd ed., Vol. 5). <https://shop.elsevier.com/books/handbook-of-clay-science/bergaya/978-0-08-099364-5>
- Bhattacharjee, S. (2016). DLS and zeta potential – What they are and what they are not? *Journal of Controlled Release*, 235, 337–351. <https://doi.org/10.1016/j.jconrel.2016.06.017>

- Brigatti, M. F. (2013). Structure and Mineralogy of Clay Minerals. En *Developments in Clay Science* (Vol. 5, pp. 21–81). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-098258-8.00002-X>
- Calabrese, I., Cavallaro, G., Scialabba, C., Licciardi, M., Merli, M., Sciascia, L., y Turco Liveri, M. L. (2013a). Montmorillonite nanodevices for the colon metronidazole delivery. *International Journal of Pharmaceutics, Special Section: Formulating Better Medicines for Children*, 457(1), 224–236. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2013.09.017>
- Calabrese, I., Cavallaro, G., Scialabba, C., Licciardi, M., Merli, M., Sciascia, L., y Turco Liveri, M. L. (2013b). Montmorillonite nanodevices for the colon metronidazole delivery. *International Journal of Pharmaceutics, Special Section: Formulating Better Medicines for Children*, 457(1), 224–236. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2013.09.017>
- Cao, J., Wang, K., Yang, H., Chen, F., Zhang, Q., y Fu, Q. (2010). Shear-induced clay dispersion in HDPE/PEgMA/organoclay composites as studied via real-time rheological method. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 48(3), 302–312. <https://doi.org/10.1002/polb.21881>
- Castelar, G. C., Vilorio C, C. A., Morrison B, C. A., Angulo M, E., y Zambrano A, A. M. (2017). Evaluación de un carbón activado comercial en la remoción del colorante DB2. *Revista Colombiana de Ciencia Animal*, 9(2), 164–170.
- Corbin, G., Vulliet, E., Lanson, B., Rimola, A., y Mignon, P. (2021). Adsorption of Pharmaceuticals onto Smectite Clay Minerals: A Combined Experimental and Theoretical Study. *Minerals*, 11(1), 62. <https://doi.org/10.3390/min11010062>

- Demirbolat, M., Değim, Z., y Değim, İ. T. (2021). Zeta Potential Determination of Targeted Nanoparticles. En Y. Çapan, A. Sahin, y H. Tonbul (Eds.), *Drug Delivery with Targeted Nanoparticles: In Vitro and in Vivo Evaluation Methods* (pp. 29–56). Taylor and Francis. <https://doi.org/10.1201/9781003164739-2>
- Dennis, H. R., Hunter, D. L., Chang, D., Kim, S., White, J. L., Cho, J. W., y Paul, D. R. (2001). Effect of melt processing conditions on the extent of exfoliation in organoclay-based nanocomposites. *Polymer*, 42(23), 9513–9522. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(01\)00473-6](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(01)00473-6)
- Edwards, D. I. (1993). Nitroimidazole drugs—Action and resistance mechanisms. I. Mechanisms of action. *The Journal of Antimicrobial Chemotherapy*, 31(1), 9–20. <https://doi.org/10.1093/jac/31.1.9>
- Fang, M., y Zhu, D. (2016). Chemical absorption. En *Handbook of Climate Change Mitigation and Adaptation, Second Edition* (Vol. 3, pp. 2239–2347). Springer International Publishing. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-14409-2\\_38](https://doi.org/10.1007/978-3-319-14409-2_38)
- Fang, X., Pang, K., Zhao, G., Wang, Y., Zhang, W., Zhang, Y., Zhou, S., Zhang, J., y Gong, C. (2024). Improving the liquid phase exfoliation efficiency of graphene based on the enhanced intermolecular and interfacial interactions. *Chemical Engineering Journal*, 480, 148263. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.148263>
- Farrukh, S., Fan, X., Mustafa, K., Hussain, A., Ayoub, M., y Younas, M. (2021). Physisorption. En *Green Energy and Technology* (pp. 73–82). Springer Science and Business Media Deutschland GmbH. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-60402-8\\_7](https://doi.org/10.1007/978-3-030-60402-8_7)

- Fattorini, D. (2025, julio 15). *Hydrocarbons in seawater: Sources, fate, impacts, and remediation strategies*. 22(6).  
<https://accscience.com/journal/AJWEP/22/6/10.36922/AJWEP025290224>
- Foo, K. Y., y Hameed, B. H. (2011). The environmental applications of activated carbon/zeolite composite materials. *Advances in Colloid and Interface Science*, 162(1), 22–28. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2010.09.003>
- França, D. B., Oliveira, L. S., Filho, F. G. N., Filho, E. C. S., Osajima, J. A., Jaber, M., y Fonseca, M. G. (2022). The versatility of montmorillonite in water remediation using adsorption: Current studies and challenges in drug removal. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 10(2), 107341. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2022.107341>
- Gao, Y., Wang, Y., Chen, C., Zhou, J., Cheng, Y., y Shi, L. (2022). Preparation of Montmorillonite Nanosheets with a High Aspect Ratio through Heating/Rehydrating and Gas-Pushing Exfoliation. *Langmuir*, 38(34), 10520–10529. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.2c01320>
- Grim, R. E., y Guven, N. (1978). *Bentonites, Geology, Mineralogy, Properties and Uses, Development in Sedimentology*. 24(5).  
<https://www.scirp.org/reference/referencespapers?referenceid=1290235>
- Grzegorzec, M., Wartalska, K., y Kaźmierczak, B. (2023). Review of water treatment methods with a focus on energy consumption. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 143, 106674. <https://doi.org/10.1016/j.icheatmasstransfer.2023.106674>
- Han, J., Cai, H., Wang, J., y Liu, G. (2013). Detrimental effects of metronidazole on the liver of freshwater common carp (*Cyprinus carpio* L.). *Bulletin of*

- Environmental Contamination and Toxicology*, 91(4), 444–449.  
<https://doi.org/10.1007/s00128-013-1059-7>
- Han, J. H., y Scanlon, M. G. (2013). Mass Transfer of Gas and Solute Through Packaging Materials. En J. H. Han (Ed.), *Innovations in Food Packaging: Second Edition* (pp. 37–49). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-394601-0.00003-5>
- Heller, W. (1957). Theoretical Investigations on the Light Scattering of Colloidal Spheres. III. Analytical Expressions for Turbidity Approximating the Performance of the Mie Equations Prior to the First Maximum. *The Journal of Chemical Physics*, 26(5), 1258–1264. <https://doi.org/10.1063/1.1743503>
- Hernández-Tenorio, R., Villanueva-Rodríguez, M., Guzmán-Mar, J. L., Hinojosa-Reyes, L., Hernández-Ramírez, A., y Vigil-Castillo, H. H. (2024). Priority list of pharmaceutical active compounds in aquatic environments of Mexico considering their occurrence, environmental and human health risks. *Environmental Toxicology and Pharmacology*, 110, 104502. <https://doi.org/10.1016/j.etap.2024.104502>
- Hoyne, G. F., Boreham, P. F., Parsons, P. G., Ward, C., y Biggs, B. (1989). The effect of drugs on the cell cycle of *Giardia intestinalis*. *Parasitology*, 99 Pt 3, 333–339. <https://doi.org/10.1017/s0031182000059047>
- Jadav, K., y Yadav, B. (2025). Emerging contaminants in surface and groundwater of an intensive agro-industrial region: Distribution, risks, and sources assessment. *Journal of Hazardous Materials Advances*, 20, 100893. <https://doi.org/10.1016/j.hazadv.2025.100893>

- Jonidi Jafari, A., Jafari Mansoorian, H., Askarpour, H., Salari, M., Eslami, F., Faraji, M., Shomoossi, F., Abdipour, H., y Jaberi Ansari, F. (2025). Analyzing and optimizing the adsorption of metronidazole antibiotic on nano-scale pumice mine waste based RSM-CCD technique in water. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 22(6), 4091–4108. <https://doi.org/10.1007/s13762-024-06102-9>
- Ju, L., Liu, Q., Feng, H., Wu, P., Ju, Y., Zhang, L., y Wang, J. (2025). The Structural Evolution of Bimetallic Fe/Ag Mediated by Montmorillonite and Its Effect on Triclosan in the Environment. *Environments*, 12(2), 65. <https://doi.org/10.3390/environments12020065>
- Kahkha, M. R. R., Ebrahimzadeh, G., y Salarifar, A. (2020). Removal of Metronidazole residues from aqueous solutions based on magnetic multiwalled carbon nanotubes by response surface methodology and isotherm study. *Analytical Methods in Environmental Chemistry Journal*, 3(3), 44–53. <https://doi.org/10.24200/amecj.v3.i03.110>
- Karickhoff, S. W., y Bailey, G. W. (1973). Optical Absorption Spectra of Clay Minerals. *Clays and Clay Minerals*, 21(1), 59–70. <https://doi.org/10.1346/CCMN.1973.0210109>
- Knopf, D. A., Ammann, M., Berkemeier, T., Pöschl, U., y Shiraiwa, M. (2024). Desorption lifetimes and activation energies influencing gas-surface interactions and multiphase chemical kinetics. *Atmospheric Chemistry and Physics*, 24(6), 3445–3528. <https://doi.org/10.5194/acp-24-3445-2024>
- Kovalakova, P., Cizmas, L., McDonald, T. J., Marsalek, B., Feng, M., y Sharma, V. K. (2020). Occurrence and toxicity of antibiotics in the aquatic environment:

- A review. *Chemosphere*, 251, 126351.  
<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.126351>
- Kozlowski, L. P. (2021). IPC 2.0: Prediction of isoelectric point and pK<sub>a</sub> dissociation constants. *Nucleic Acids Research*, 49(W1), W285–W292.  
<https://doi.org/10.1093/nar/gkab295>
- Kumar, M. (2015). Spectroscopic Characterization of Biofield Treated Metronidazole and Tinidazole. *Medicinal Chemistry*, 5(7).  
<https://doi.org/10.4172/2161-0444.1000283>
- Lagaly. (2013). Clay Mineral–Organic Interactions. En *Developments in Clay Science* (Vol. 5, pp. 435–505). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-098258-8.00015-8>
- Lala, V. G., Bobat, B., Haagensen, M., Kathan, P., y Mahomed, A. (2021). Metronidazole-induced encephalopathy. *SA Journal of Radiology*, 25(1), 2016. <https://doi.org/10.4102/sajr.v25i1.2016>
- Lee, C., Seo, J., y Pham, A. L.-T. (2022). The Photo-Fenton System. En *Springer Handbooks* (pp. 1719–1734). Springer Science and Business Media Deutschland GmbH. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-63713-2\\_59](https://doi.org/10.1007/978-3-030-63713-2_59)
- Li, J., y Chen, H. (2000). Biodegradation of Whey Protein-Based Edible Films. *Journal of Polymers and the Environment*, 8(3), 135–143.  
<https://doi.org/10.1023/A:1014877800102>
- Liu, Y., Du, M., Li, Z., Cheng, Y., y Shi, L. (2023). Molecular Dynamics Study on Swelling and Exfoliation Properties of Montmorillonite Nanosheets for Application as Proton Exchange Membranes. *ACS Applied Nano Materials*, 6(3), 2133–2140. <https://doi.org/10.1021/acsanm.2c05167>

- Madushika, N. H., Munaweera, I., Liyanage, G. Y., Jayawardane, P., y Manage, P. M. (2026). Innovative green nanotechnology for sustainable water purification under climate change: Tackling antibiotic contaminants. *Environmental Science: Nano*, 13(1), 150–183. <https://doi.org/10.1039/d5en00956a>
- Maile, O. I., Tesfagiorgis, H. B., y Muzenda, E. (2015). Factors influencing chemical absorption of CO<sub>2</sub> and H<sub>2</sub>S in biogas purification: A review. *Lect. Notes Eng. Comput. Sci.*, 2220, 619–622.
- Maranha, J. R., Pereira, C., y Cardoso, R. (2022). Effective stress in unsaturated soils: Lessons from capillarity in regular sphere arrangements. *Geomechanics for Energy and the Environment*, 32, 100341. <https://doi.org/10.1016/j.gete.2022.100341>
- Mecelti, O. M., y Grekov, D. (2026). A Review on Modified Montmorillonite-Based Catalysts for Biofuel and Recycled Carbon Fuel Production. 31(229). <https://doi.org/339>. <https://doi.org/10.3390/molecules31020339>
- Mizuguchi, R., Imai, H., y Oaki, Y. (2020). Formation processes, size changes, and properties of nanosheets derived from exfoliation of soft layered inorganic-organic composites. *Nanoscale Advances*, 2(3), 1168–1176. <https://doi.org/10.1039/d0na00084a>
- Mortero, L. (2024). *Remoción de metronidazol utilizando la ceniza de cascarilla de arroz como adsorbente* [Intituto Tecnológico de Boca del Río]. chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://mail.google.com/mail/u/0/?ui=2yik=86482d2139yattid=0.1ypermmmsgid=msg-

- f:1865536628836216918yth=19e3b7ae0d433056yview=attyrealattid=f\_mpb  
apvm10yzwydisp=inlineyacrobatPromotionSource=gmail\_chrome-list
- Önal, G., Özer, M., y Arslan, F. (2003). Sedimentation of clay in ultrasonic medium. *Minerals Engineering, Solid-liquid separation*, 16(2), 129–134. [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(02\)00309-6](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(02)00309-6)
- Orij, A. Y., Isaac, G. O., y Ojo, R. F. (2024). Emerging Contaminants in Drinking Water. En S. A. Aransiola, R. O. Akinsola, O. P. Abioye, y N. R. Maddela, *Emerging Contaminants in Food and Food Products* (1a ed., pp. 44–60). CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781003438236-5>
- Oyegoke, T. (2025a). Mitigating Environmental Risks: Efficient Removal of Metronidazole from Pharmaceutical Wastewater Using Functionalized Graphene Membrane. *ASEC* 2024, 1. <https://doi.org/10.3390/engproc2025087001>
- Oyegoke, T. (2025b). Mitigating Environmental Risks: Efficient Removal of Metronidazole from Pharmaceutical Wastewater Using Functionalized Graphene Membrane †. *Engineering Proceedings*, 87(1). <https://doi.org/10.3390/engproc2025087001>
- Pan, Y., Yi, J., Zhou, B., Xie, S., Chen, D., Tao, Y., Qu, W., Liu, Z., Huang, L., y Yuan, Z. (2017). Disposition and Residue Depletion of Metronidazole in Pigs and Broilers. *Scientific Reports*, 7(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-017-07443-x>
- Pavlidou, S., y Papaspyrides, C. D. (2008). A review on polymer–layered silicate nanocomposites. *Progress in Polymer Science*, 33(12), 1119–1198. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2008.07.008>

- Paykar, I., Regalbuto, J. R., y Williams, C. T. (2025). Surface Area Determination with a Laboratory Scale and Room Humidity from Single-Point BET Analysis of Physisorbed Water. *Langmuir*, 41(30), 20072–20080. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.5c02271>
- Perini, J. A. de L., Silva, B. C. E., Tonetti, A. L., y Nogueira, R. F. P. (2017). Photo-Fenton degradation of the pharmaceuticals ciprofloxacin and fluoxetine after anaerobic pre-treatment of hospital effluent. *Environmental Science and Pollution Research International*, 24(7), 6233–6240. <https://doi.org/10.1007/s11356-016-7416-4>
- Pier Macuvele, D. L., Fagundes, A. P., Boca Santa, R. A. A., Matsinhe, J. V., Padoin, N., Soares, C., y Riella, H. G. (2020). MONTMORILLONITE-BASED ALUMINOSILICATE MATERIALS: PROPERTIES AND APPLICATIONS. En N. R. Blevins (Ed.), *An Introduction to Aluminosilicates* (pp. 1–27). Nova Science Publishers, Inc.
- Pignatello, J. J., Oliveros, E., y MacKay, A. (2006). Advanced Oxidation Processes for Organic Contaminant Destruction Based on the Fenton Reaction and Related Chemistry. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 36(1), 1–84. <https://doi.org/10.1080/10643380500326564>
- Poli, A. L., Batista, T., Schmitt, C. C., Gessner, F., y Neumann, M. G. (2008). Effect of sonication on the particle size of montmorillonite clays. *Journal of Colloid and Interface Science*, 325(2), 386–390. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2008.06.016>
- Prasad, R., Prasad, N., Prasad, N., Prasad, S., Prasad, R., Prasad, R., Prasad, R., Prasad, R., Desai, C., Vaidya, A., Shaikh, Y., Gulam Mohammed, N.,

- Shaikh, V., Pande, R., Mamidpelliwar, P., Deshmukh, R., Patil, V., Samant, A., Chiplunkar, C., y Shaikh, A. (2024). A Review on Scattering Techniques for Analysis of Nanomaterials and Biomaterials. *Engineered Science*. <https://doi.org/10.30919/es1332>
- Prats Rico, D. (2023). Los contaminantes emergentes en la reforma de la directiva de aguas residuales. *Seguridad Hídrica: V Congreso Nacional del Agua. Libro de actas, 2023, ISBN 978-84-1302-234-5, págs. 959-983, 959–983*. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=9129488>
- Rahimi, S. M., Al-Musawi, T. J., Arghavan, F. S., y Nasseh, N. (2021). Mechanism and efficiency of metronidazole removal via adsorption and heterogeneous Fenton reaction using FeNi<sub>3</sub> nanoparticles. *Desalination and Water Treatment*, 234, 136–146. <https://doi.org/10.5004/dwt.2021.27620>
- Ramírez-Cota, M., Escobar-Sánchez, O., Betancourt-Lozano, M., Frías-Espéricueta, M. G., Zamora-Arellano, N. Y., y Osuna-Martínez, C. C. (2025). Heavy metals in drinking water sources in northern Mexico: A review of concentrations and human health risks assessment. *Journal of Water and Health*, 23(6), 684–700. <https://doi.org/10.2166/wh.2025.274>
- Ravi, G., y Kumar, M. (2024). Eggshell-Derived Fe-Mg Particles and Hydroxyapatite for Removal of Tetracycline and Metronidazole from Aqueous Systems. *Journal of Hazardous, Toxic, and Radioactive Waste*, 28(4), 04024023. <https://doi.org/10.1061/JHTRBP.HZENG-1318>
- Reitz, M., Rumpf, M., y Knitza, R. (1991). DNA single strand-breaks in lymphocytes after metronidazole therapy. *Arzneimittel-Forschung*, 41(2), 155–156.

- Rivera, J. A., Postigo, C., Melgoza-Alemán, R. M., Aceña, J., Barceló, D., y López de Alda, M. (2018). Study of pharmaceuticals in surface and wastewater from Cuernavaca, Morelos, Mexico: Occurrence and environmental risk assessment. *The Science of the Total Environment*, 613–614, 1263–1274. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.09.134>
- Robledo Zacarías, V. H., Velázquez Machuca, M. A., Montañez Soto, J. L., Pimentel Equihua, J. L., Vallejo Cardona, A. A., López Calvillo, M. D., Venegas González, J., Robledo Zacarías, V. H., Velázquez Machuca, M. A., Montañez Soto, J. L., Pimentel Equihua, J. L., Vallejo Cardona, A. A., López Calvillo, M. D., y Venegas González, J. (2017). HIDROQUÍMICA Y CONTAMINANTES EMERGENTES EN AGUAS RESIDUALES URBANO INDUSTRIALES DE MORELIA, MICHOACÁN, MÉXICO. *Revista internacional de contaminación ambiental*, 33(2), 221–235. <https://doi.org/10.20937/rica.2017.33.02.04>
- Schoonheydt, R. A. (2013). Surface and Interface Chemistry of Clay Minerals. En *Developments in Clay Science* (Vol. 5, pp. 139–172). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-098258-8.00005-5>
- Sciascia, L., Calabrese, I., Cavallaro, G., Merli, M., Scialabba, C., y Liveri, M. L. T. (2021). Modified Montmorillonite as Drug Delivery Agent for Enhancing Antibiotic Therapy. *Minerals*, 11(12), 1315. <https://doi.org/10.3390/min11121315>
- Seidmohammadi, A., Vaziri, Y., Dargahi, A., y Nasab, H. Z. (2023). Improved degradation of metronidazole in a heterogeneous photo-Fenton oxidation system with PAC/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic catalyst: Biodegradability, catalyst

- specifications, process optimization, and degradation pathway. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 13(10), 9057–9073. <https://doi.org/10.1007/s13399-021-01668-7>
- Selvakumar, P. (2025). Emerging Trends in Water Treatment and Purification Techniques. En *Emerging Trends and Technologies in Water Management and Conservation* (pp. 121–148). IGI Global Scientific Publishing. <https://doi.org/10.4018/979-8-3693-6920-3.ch004>
- Sheikhmohammadi, A., Asgari, E., y Yeganeh, J. (2021). Application of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  @activated carbon magnetic nanoparticles for the adsorption of metronidazole from wastewater: Optimization, kinetics, thermodynamics and equilibrium studies. *Desalination and Water Treatment*, 222, 354–365. <https://doi.org/10.5004/dwt.2021.27101>
- Shemer, H., Kunukcu, Y. K., y Linden, K. G. (2006a). Degradation of the pharmaceutical Metronidazole via UV, Fenton and photo-Fenton processes. *Chemosphere*, 63(2), 269–276. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2005.07.029>
- Shemer, H., Kunukcu, Y. K., y Linden, K. G. (2006b). Degradation of the pharmaceutical metronidazole via UV, Fenton and photo-Fenton processes. *Chemosphere*, 63(2), 269–276. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2005.07.029>
- Silva, M. R. A., Vilegas, W., Zanoni, M. V. B., y Pupo Nogueira, R. F. (2010). Photo-Fenton degradation of the herbicide tebuthiuron under solar irradiation: Iron complexation and initial intermediates. *Water Research*, 44(12), 3745–3753. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.04.025>

- Sing, K. (2001). The use of nitrogen adsorption for the characterisation of porous materials. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 187–188, 3–9. [https://doi.org/10.1016/S0927-7757\(01\)00612-4](https://doi.org/10.1016/S0927-7757(01)00612-4)
- Sinha Ray, S., y Okamoto, M. (2003). Polymer/layered silicate nanocomposites: A review from preparation to processing. *Progress in Polymer Science*, 28(11), 1539–1641. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2003.08.002>
- Subramanian, N., Whittaker, M. L., Ophus, C., y Lammers, L. N. (2020). Structural Implications of Interfacial Hydrogen Bonding in Hydrated Wyoming-Montmorillonite Clay. *Journal of Physical Chemistry C*, 124(16), 8697–8705. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.9b11339>
- Tayo, J. A., Akinhanmi, T. F., Gbadebo, Adewole. Michael., Olugbenga, A. D., Adeogun, A. I., y Sojinu, S. O. (2026). Evaluation of the Physicochemical Parameters and Occurrence of Metronidazole and Ibuprofen in Pharmaceutical Effluents Before and after Treatment. *Water, Air, y Soil Pollution*, 237(5), 308. <https://doi.org/10.1007/s11270-025-08887-y>
- Teh, C. Y., Budiman, P. M., Shak, K. P. Y., y Wu, T. Y. (2016). Recent advancement of coagulation-flocculation and its application in wastewater treatment. *Industrial y Engineering Chemistry Research*, 55(16), 4363–4389. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.5b04703>
- Thiebault, T. (2020). Raw and modified clays and clay minerals for the removal of pharmaceutical products from aqueous solutions: State of the art and future perspectives. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 50(14), 1451–1514. <https://doi.org/10.1080/10643389.2019.1663065>

- Thommes, M., Kaneko, K., Neimark, A. V., Olivier, J. P., Rodriguez-Reinoso, F., Rouquerol, J., y Sing, K. S. W. (2015). Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, 87(9–10), 1051–1069. <https://doi.org/10.1515/pac-2014-1117>
- Tombácz, E., y Szekeres, M. (2004). Colloidal behavior of aqueous montmorillonite suspensions: The specific role of pH in the presence of indifferent electrolytes. *Applied Clay Science*, 27(1), 75–94. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2004.01.001>
- Vargas-Rodríguez, Y. M., Gómez-Vidales, V., Vázquez-Labastida, E., García-Bórquez, A., Aguilar-Sahagún, G., Murrieta-Sánchez, H., y Salmón, M. (2008). Caracterización espectroscópica, química y morfológica y propiedades superficiales de una montmorillonita mexicana. *Revista mexicana de ciencias geológicas*, 25(1), 135–144.
- Velicky, M., Donnelly, G., Hendren, W., Scullion, D., Santos, E., Bowman, R., y Huang, F. (2019). Exfoliation of centimetre-sized transition metal dichalcogenide monolayers. *Conf. Lasers Electro-Optics Europe Euro. Quantum Electron. Conf., CLEO/Europe-EQEC*. 2019 Conference on Lasers and Electro-Optics Europe and European Quantum Electronics Conference, CLEO/Europe-EQEC 2019. <https://doi.org/10.1109/CLEOE-EQEC.2019.8872453>
- Villanueva, J. H., Guzmán-Hernández, D. S., Ramírez-Silva, M. T., Juárez-Gómez, J., y Rojas-Hernández, A. (2023). Determinación de la constante de acidez del metronidazol por espectroscopia ultravioleta en medio acuoso. *Pädi*

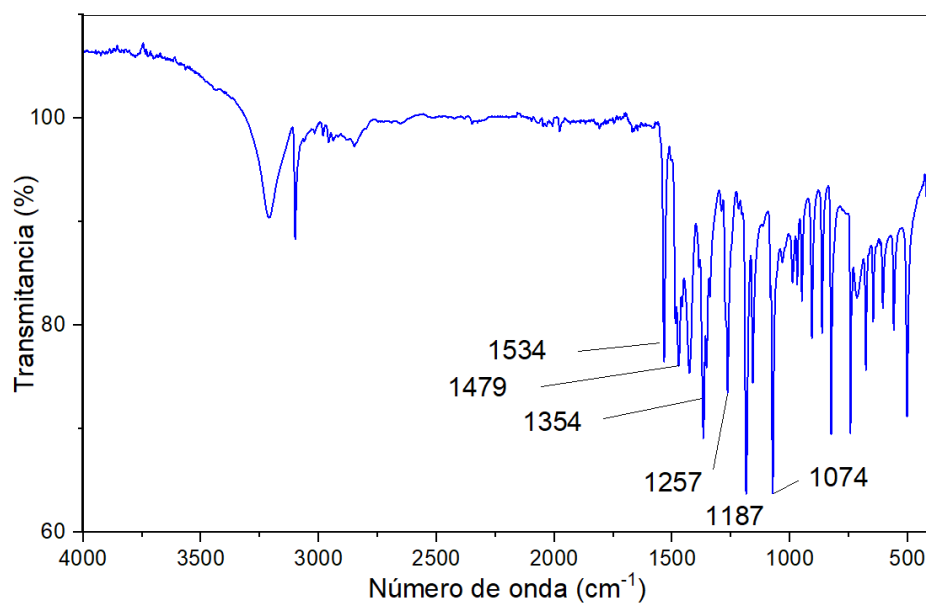
- Boletín Científico de Ciencias Básicas e Ingenierías del ICBI*, 11, 50–53.  
<https://doi.org/10.29057/icbi.v11iEspecial.10232>
- Wang, X.-Z., Deng, Y.-H., Wang, S.-Q., Yu, W.-W., He, S.-S., y Zhang, J. (2016). Study on the structure and nanomechanical properties of organic montmorillonite reinforced urea-formaldehyde adhesive. *Guang Pu Xue Yu Guang Pu Fen Xi/Spectroscopy and Spectral Analysis*, 36(6), 1680–1684.  
[https://doi.org/10.3964/j.issn.1000-0593\(2016\)06-1680-05](https://doi.org/10.3964/j.issn.1000-0593(2016)06-1680-05)
- Wennmalm, Å. (2011). Pharmaceuticals: Environmental Effects. En J. O. Nriagu (Ed.), *Encyclopedia of Environmental Health* (pp. 462–471). Elsevier.  
<https://doi.org/10.1016/B978-0-444-52272-6.00714-5>
- Wittmann, F. H., Zhang, P., y Zhao, T. (2012). Relation between mass flow in cement-based composite materials and durability, investigated by means of neutron imaging. *Concr. Repair, Rehabil. Retrofitting - Proc. Int. Conf. Concr. Repair, Rehabil. Retrofitting, ICCRRR*, 476–481.
- Xu, H., Ke, L., Tang, M., Shang, H., Xu, W., Zhang, Z., Fu, Y., Han, G., Cui, J., Yang, H., Gao, J., Zhang, S., y He, X. (2022). In-situ Liquid Exfoliation of Montmorillonite Nanosheets in Poly ( lactic acid ) to Resist Oxygen Permeation. *Gaodeng Xuexiao Huaxue Xuebao/Chemical Journal of Chinese Universities*, 43(11). <https://doi.org/10.7503/cjcu20220316>
- Xue, Z., Dong, L., Zhong, Z., Lai, X., y Huang, Y. (2021). Capture effect of Pb, Zn, Cd and Cr by intercalation-exfoliation modified montmorillonite during coal combustion. *Fuel*, 290, 119980. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.119980>

- Zhang, Z.-Y., He, Z.-Y., Zhou, F., Zhong, C.-B., Sun, N.-J., y Chi, R.-A. (2018). Swelling of clay minerals in ammonium leaching of weathered crust elution-deposited rare earth ores. *Rare Metals*, 37(1), 72–78. <https://doi.org/10.1007/s12598-017-0977-7>
- Zheng, H., y Xiang, X. (2004). Photo-fenton oxidation processes used in the degradation of rhodamine B. *Guang pu xue yu guang pu fen xi = Guang pu*, 24(6), 726–729.
- Zhou, C., Tong, D., y Yu, W. (2019). Smectite nanomaterials: Preparation, properties, and functional applications. En A. Wang y W. Wang (Eds.), *Nanomaterials from Clay Minerals: A New Approach to Green Functional Materials* (pp. 335–364). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814533-3.00007-7>
- Zhu, T. T., Zhou, C. H., Kabwe, F. B., Wu, Q. Q., Li, C. S., y Zhang, J. R. (2019). Exfoliation of montmorillonite and related properties of clay/polymer nanocomposites. *Applied Clay Science*, 169, 48–66. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2018.12.006>

## Anexos

### 1.1 FTIR del comprimido de MTZ

A continuación, se muestra el espectro de FTIR del comprimido de MTZ.

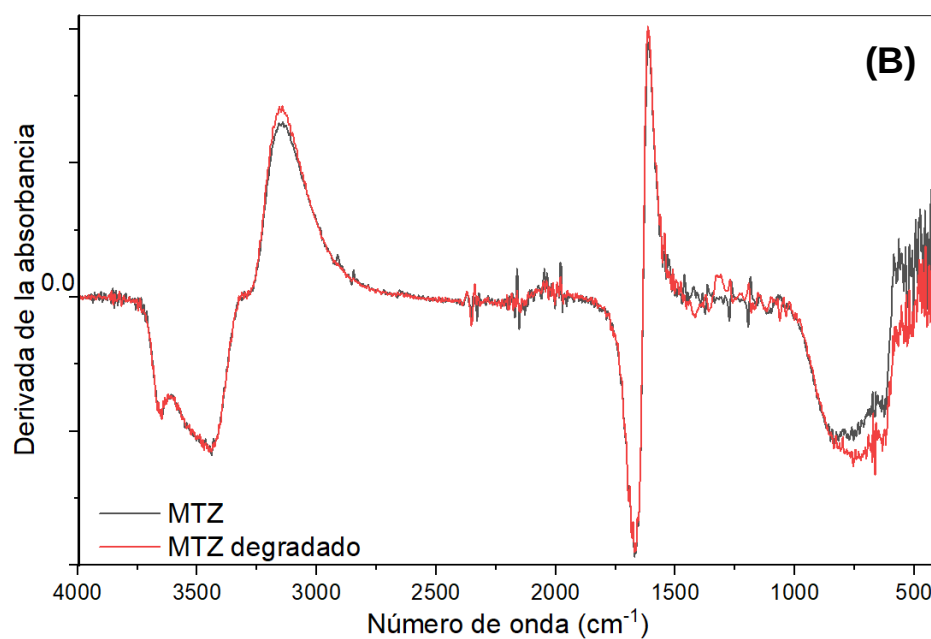
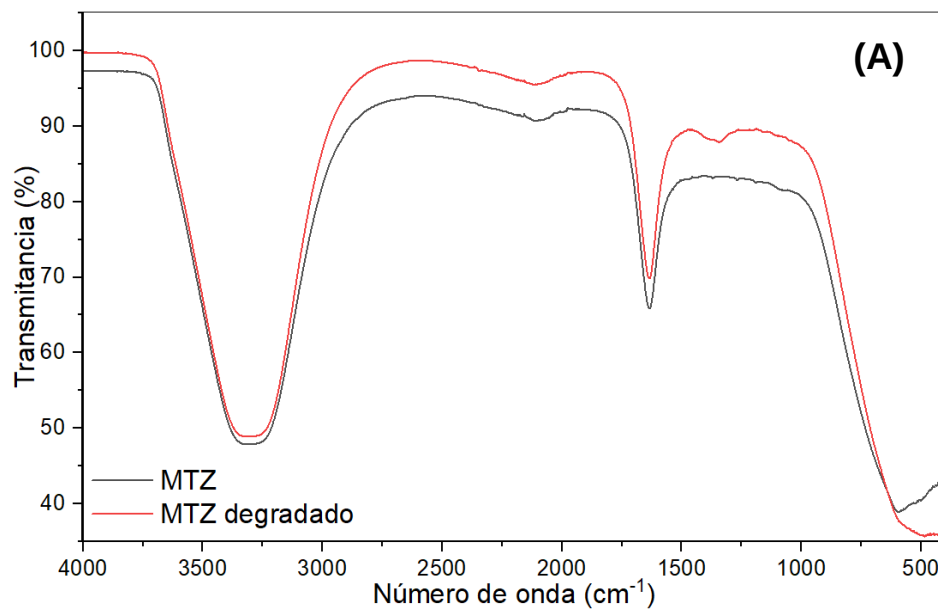


En la siguiente tabla se identifican el número de onda, con el enlace y el grupo funcional al que pertenecen las bandas del espectro anterior (Kumar, 2015).

| Número de onda | Enlace     | Grupo funcional                                         |
|----------------|------------|---------------------------------------------------------|
| 1534           | C=N<br>C=C | Anillo imidazol                                         |
| 1479           | N=O<br>C-H | -NO <sub>2</sub><br>-CH <sub>2</sub> y -CH <sub>3</sub> |
| 1354           | N=O        | -NO <sub>2</sub>                                        |
| 1257           | C-O        | Cadena de hidroxietilo                                  |
| 1187           | C-O        | Cadena de hidroxietilo                                  |
| 1074           | C-N        | Anillo imidazol                                         |

## 1.2 Comparación de MTZ degradado y no degradado

Las siguientes figuras comparan (A) los espectros de FTIR de MTZ degradado y sin degradar y (B) sus respectivas derivadas (dT/dK).



### 1.3 Derivadas de FTIR del MTZ disuelto

Las imágenes muestran cercamientos en las derivadas alrededor del número de onda correspondientes a deformaciones de grupos, C-O ( $1100\text{ cm}^{-1}$ ),  $\text{-NO}_2$  ( $1340$  y  $1314\text{ cm}^{-1}$ ),  $\text{-CH}_2$ ,  $\text{-CH}_3$  ( $1479\text{ cm}^{-1}$ ), donde se identifican cambios en su estructura inicial, los cuales se adjudican a la degradación del medicamento.

