

OBTENCIÓN DE NANOARCILLAS MEDIANTE INTERCALACIÓN DE LAS CAPAS DE ARCILLA BENTONÍTICA CON EL AMINOACIDO L-LISINA.

Lina María Arboleda Valencia

Director (a)
Jhon Jairo Ríos Acevedo, Ph.D.

Universidad Santiago de Cali
Facultad de Ciencias Básicas
Programa de Química
Cali, Colombia
2025

OBTENCIÓN DE NANOARCILLAS MEDIANTE INTERCALACIÓN DE LAS CAPAS DE ARCILLA BENTONÍTICA CON EL AMINOACIDO L-LISINA.

Lina María Arboleda Valencia

**Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de:
Química**

**Director (a)
Jhon Jairo Ríos Acevedo, Ph.D.**

**Línea de Investigación:
Química molecular y supramolecular.
Grupo de Investigación:
QUIBIO**

**Universidad Santiago de Cali
Facultad de Ciencias Básicas
Programa de Química
Ciudad, Colombia
2025**

IMPACTOS

Relacione el (los) impacto(s) que presentó el Trabajo de Grado

IMPACTO	PRODUCTO	BENEFICIARIO(S)
Responsabilidad social	Reducción de la exposición humana a aflatoxinas	Salud Pública y Seguridad Alimentaria
Científico	Investigación científica con aplicación social.	Comunidad científica
Tecnológico	Posibilidad de desarrollar un adsorbente eficiente y económico.	Sector Agropecuario
Ambiental	Alternativa a métodos químicos agresivos	Medio ambiente

OBTENCIÓN DE NANOARCILLAS MEDIANTE INTERCALACIÓN DE LAS CAPAS DE ARCILLA BENTONÍTICA CON EL AMINOACIDO L-LISINA.

Lina María arboleda Valencia¹, lina.arboleda04@usc.edu.co

RESUMEN

En el presente estudio se obtuvieron organoarcillas a partir de bentonita o montmorillonita (MMT) modificada mediante un proceso de intercalación con lisina. Inicialmente, se llevó a cabo la limpieza y purificación de la arcilla mediante un tratamiento con agitación y ácido clorhídrico, con el propósito de eliminar cualquier componente orgánico que pudiera interferir en el proceso de intercalación. Posteriormente, se procedió a la intercalación de la lisina en la estructura de la arcilla. La caracterización del material se realizó mediante espectrofotometría infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), análisis termogravimétrico (TGA), difracción láser (DL) y microscopía electrónica de barrido (SEM). Adicionalmente, se llevó a cabo una caracterización fisicoquímica utilizando metodologías estandarizadas tomadas del manual de métodos internos de una empresa productora de minerales industriales no metálicos. Los resultados obtenidos confirmaron la intercalación de la lisina en la montmorillonita (MMT), lo que evidenció un incremento significativo en la capacidad de hinchamiento del producto Lisina-MMT en comparación con la MMT sin intercalar.

Palabras clave: *Montmorillonita, Lisina, Intercalación, Organoarcillas, Absorción, Adsorción aflatoxinas, Alimentación animal.*

OBTAINING NANOCCLAYS THROUGH INTERCALATION OF BENTONITE CLAY LAYERS WITH THE AMINO ACID L-LYSINE.

ABSTRACT

In the present study, organoclays were obtained from modified bentonite or montmorillonite (MMT) through a lysine intercalation process. Initially, the clay was cleaned and purified by stirring and hydrochloric acid to eliminate any organic components that could interfere with the intercalation process. Subsequently, lysine was intercalated into the clay structure. The material was characterized by Fourier transform infrared spectrophotometry (FTIR), thermogravimetric analysis (TGA), laser diffraction (LD), and scanning electron microscopy (SEM). Additionally, a physicochemical characterization was performed using standardized methodologies taken from the internal methods manual of a non-metallic industrial minerals producer. The results obtained confirmed the intercalation of lysine into montmorillonite (MMT), which demonstrated a significant increase in the swelling capacity of the lysine-MMT product compared to unintercalated MMT.

Keywords: *Montmorillonite, Lysine, Intercalation, Organoclays, Absorption, Aflatoxin adsorption, Animal feed.*

1. INTRODUCCIÓN

Las arcillas son compuestos inorgánicos predominantes en la mayoría de los suelos, consisten en silicatos de aluminio hidratados que tienen estructuras en forma de hoja o lámina. Los minerales arcillosos se distinguen entre sí por la fórmula química general, la estructura y las propiedades químicas y físicas. Los tres grupos principales de minerales arcillosos son los siguientes: grupo de la montmorillonita, grupo de la illita, grupo de la caolinita. Muchas arcillas contienen grandes cantidades de sodio, potasio, magnesio, hierro y calcio (Manahan, 2006).

Gracias a su gran versatilidad y amplia disponibilidad, las arcillas han sido empleadas desde la antigüedad en múltiples aplicaciones dentro de sectores como la industria de la perforación, farmacéutica, nanotecnología, ambiental y la industria de materiales, incluso antes de que se comprendieran los fundamentos científicos que rigen sus propiedades intrínsecas. Con el progreso del conocimiento científico y tecnológico en el último siglo, ha sido posible identificar y caracterizar sus propiedades fisicoquímicas, las cuales explican su notable funcionalidad (Flores, 2018).

Entre las propiedades más destacadas de las arcillas, particularmente de las montmorillonitas (Figura 1), se encuentra su elevada superficie específica, su alta capacidad de absorción y su notable capacidad de intercambio catiónico, que se define como la cantidad de iones cargados positivamente que pueden ser atraídos por la superficie de la arcilla (la cual se encuentra cargada negativamente), características que las convierten en materiales altamente eficientes para la adsorción de especies catiónicas (Flores, 2018).

Además, otra cualidad no menos importante, es que las arcillas son fáciles de obtener y a bajo costo. Estos minerales se han estudiado solos o en combinación con otros materiales para formar compuestos con mejores propiedades o aplicaciones. Las arcillas modificadas orgánicamente son comúnmente llamadas organoarcillas (Flores, 2018).

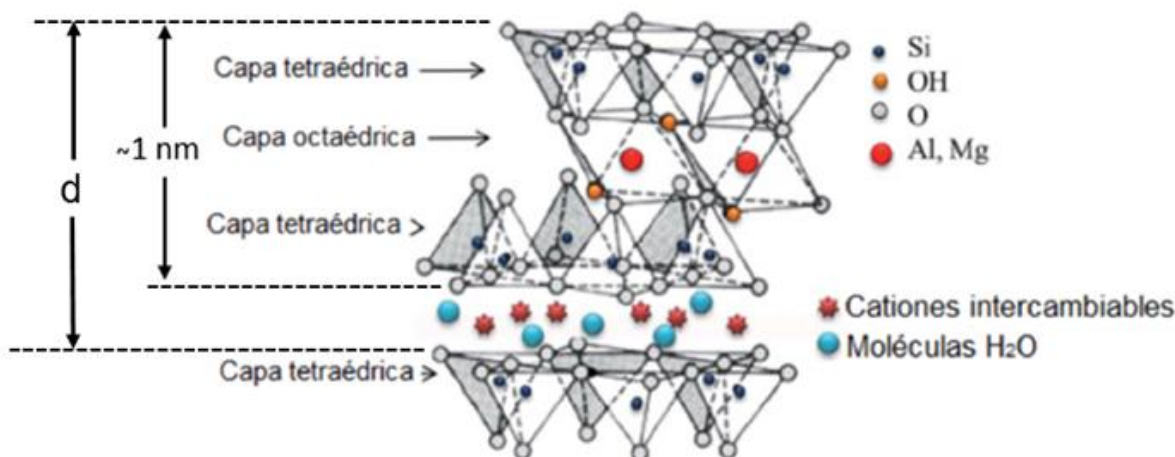


Figura 1: Estructura cristalina de la montmorillonita. (Pinto, 2017)

El proceso de modificación orgánica de las arcillas normalmente involucra un intercambio de cationes, de los iones calcio o sodio originales, por otros; este intercambio de iones se realiza normalmente en soluciones acuosas. Esta modificación se hace con el fin de reducir la energía superficial de las arcillas para hacerlas más afines con materiales de interés; es decir, mejorar la compatibilidad entre ambos. La inserción de sustancias a las arcillas no solo modifica la superficie de las arcillas sino que también incrementa el espacio basal de las arcillas laminares, lo que facilita la intercalación de sustancias químicas (Shokri & Lobato 2017).

La bentonita es una arcilla formada principalmente por montmorillonita (MMT), un mineral de la familia de los filosilicatos, que se caracteriza por su estructura laminar y su capacidad para absorber grandes cantidades de agua. Este mineral tiene una gran superficie específica y propiedades de intercambio catiónico. Su estructura consiste en capas de silicato de aluminio, que contienen sitios cargados negativamente capaces de intercambiar cationes, lo que facilita su funcionalización con diferentes compuestos. La MMT intercalada tiene diversas aplicaciones en la industria de la perforación, farmacéutica, nanotecnología, ambiental y la industria de materiales (Legarto, 2021).

El proceso de intercalación de compuestos, como los aminoácidos, en las capas de la MMT es una técnica que permite modificar las propiedades de esta arcilla, haciendo que pueda incorporar moléculas de mayor tamaño dentro de su estructura. En este contexto, la lisina (Figura 2) es un aminoácido que posee un grupo amino (NH_2) en su estructura química, puede interactuar con la superficie cargada negativamente de la MMT, esta interacción depende también del pH del medio (Khar'kova, 2020).

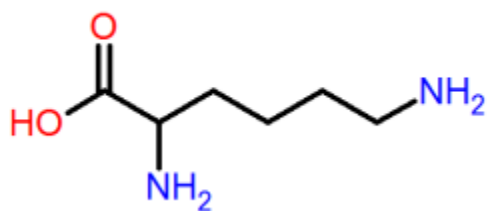


Figura 2: Estructura de la lisina (PubChem, 2025).

La lisina se intercala entre las capas del mineral (Figura 3), formando complejos que alteran las propiedades físicas y químicas de la arcilla. Este proceso no solo mejora la capacidad de la MMT para adsorber otros compuestos, sino que también abre nuevas posibilidades en áreas como la liberación controlada de fármacos, la mejora de materiales compuestos y la captura de contaminantes (Khar'kova, 2020).

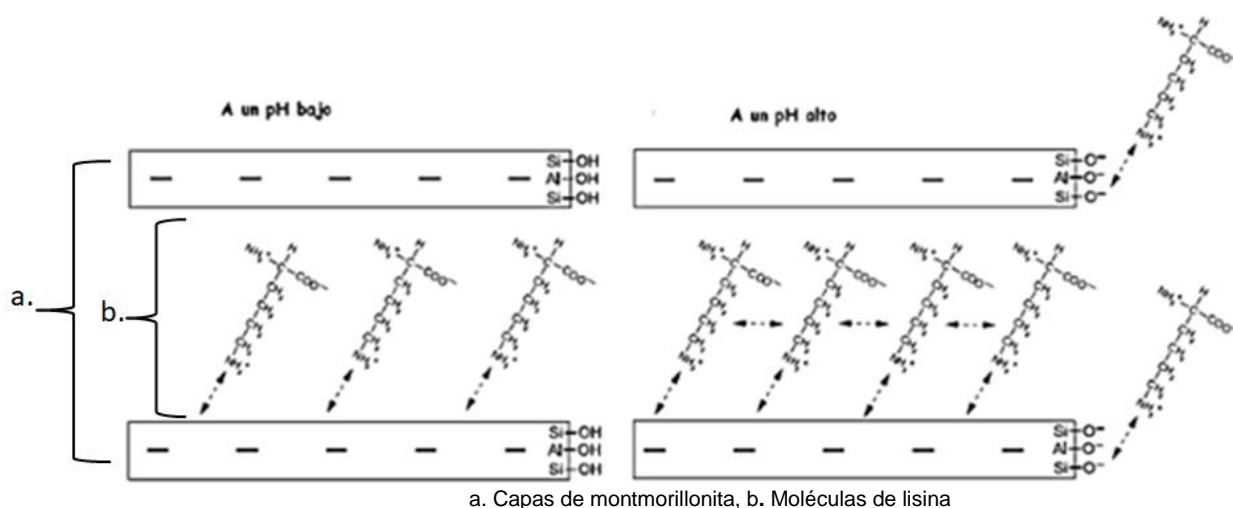


Figura 3: Representación esquemática del mecanismo de intercalación de las moléculas de lisina en las galerías de la arcilla MMT (Parbhakar, 2007).

Las aflatoxinas son compuestos tóxicos producidos por hongos del género *Aspergillus*, principalmente *Aspergillus flavus* y *Aspergillus parasiticus*, que contaminan una variedad de alimentos y piensos, como granos, nueces, maíz y soja (Figura 4). El empleo de MMT intercalada con lisina como tratamiento de absorción de aflatoxinas en los alimentos de los animales puede prevenir la transferencia de estas toxinas a la cadena alimentaria humana, garantizando alimentos más seguros. La lisina tiene afinidad por los grupos carbonilo y fenólicos presentes en las aflatoxinas, lo que facilita la interacción entre ambas moléculas. Estas toxinas son altamente carcinogénicas y hepatotóxicas, y su presencia en alimentos representa un riesgo significativo para la salud pública. La remediación con MMT intercalada para la absorción de aflatoxinas en alimentos es un campo de investigación que ha cobrado relevancia debido a los peligros que estas micotoxinas representan para la salud humana y animal (Donat, 2019; Zhou).

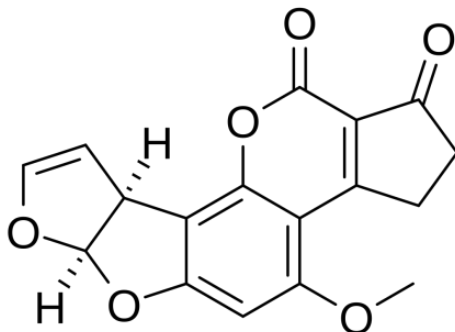


Figura 4: Estructura química de la Aflatoxina B1 (Martínez, 2023).

El presente estudio tuvo como finalidad la síntesis de organoarcillas a partir de montmorillonita (MMT) intercalada químicamente con lisina, con el propósito de analizar las modificaciones en sus propiedades físicas y químicas tras el proceso de intercalación. Asimismo, se buscó determinar si dicha intercalación genera un cambio significativo en la capacidad de hinchamiento de la montmorillonita en comparación con su estado no modificado. En este sentido, se evaluó si la variación en la capacidad de hinchamiento es lo suficientemente significativa para considerar la viabilidad del uso de MMT modificada con lisina como una estrategia potencial para el desarrollo de tratamientos para la mitigación de la contaminación por aflatoxinas en piensos destinados a la alimentación animal.

2. MATERIALES Y METODOS

2.1 Reactivos y Equipos

La arcilla MMT utilizada en el proyecto fue proporcionada por Bentocol, ubicado en Bugalagrande, Valle. Tanto la lisina como el ácido clorhídrico fueron adquiridos de MERCK. Además, para la ejecución de la metodología propuesta, se utilizó una centrífuga HERMLER, un horno, planchas de agitación y un ultrasonido ELMA.

Los siguientes procedimientos de análisis se realizaron con base en las metodologías estandarizadas del manual de métodos internos de una empresa productora de minerales industriales no metálicos. Bajo el sistema de muestreo Military Standard se realizó el muestreo de una recepción de bentonita de sodio, por lo tanto, de 40 big bags, se muestrearon 13 big bags de los cuales posteriormente se hizo un pool, de la cual se tomaron las muestras evaluadas en este trabajo (Ponsati, 2005).

2.2 CARACTERIZACIONES

2.2.1 Infrarrojo (FTIR)

El análisis mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) permitió obtener información sobre la lisina intercalada en la montmorillonita (MMT). Este espectro proporcionó datos relevantes sobre los grupos funcionales presentes en la molécula y sus interacciones químicas. A partir de su interpretación, fue posible identificar señales clave como los grupos amina, carboxilo y alifáticos presentes en la lisina. Se empleó la técnica de reflectancia total atenuada con transformada de Fourier (ATR/FTIR) usando un cristal ZnSe y las condiciones de las mediciones fueron resolución de 2 cm^{-1} , números de scan 30, rango de 600 a 4000 cm^{-1} y número de réplicas 3.

2.2.2 Análisis termogravimétrico (TGA)

A partir del espectro TGA (termograma), se proporcionó información clave sobre la estabilidad térmica del compuesto lisina-MMT, fue posible identificar distintas etapas de pérdida de masa, asociadas a la descomposición de los componentes. La interpretación de estos espectros permitió caracterizar los principales eventos térmicos que tienen lugar durante el proceso de calentamiento. Al comparar los termogramas de la MMT sin intercalar y la MMT intercalada con lisina, se observó diferencias significativas en las etapas de pérdida de masa, reflejando la incorporación de la lisina en la estructura de la arcilla.

La rampa de calentamiento fue de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ en el rango de temperaturas entre $20\text{-}1000^{\circ}\text{C}$, con un flujo de nitrógeno de $100\text{ mL}/\text{min}$ y se utilizó el equipo de análisis térmico simultáneo sistema DSC/TGA de *TA Instruments* modelo Discovery STD 650.

2.2.3 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Mediante esta técnica, fue posible obtener información detallada sobre la morfología y la estructura superficial de la montmorillonita (MMT), permitiendo observar modificaciones en la textura y en la agregación de sus partículas tras el proceso de intercalación con lisina. Además, la intercalación pudo provocar un incremento en la separación de las láminas de la MMT o alteraciones en su disposición, lo que sugeriría una interacción efectiva con la lisina. La morfología superficial de la MMT se estudió mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), empleando un microscopio electrónico JEOL JCM-5000 con detector de electrones secundarios a 10 kV .

2.2.4 Tamaño de partícula por difracción láser (DL)

El análisis mediante difracción láser (DL) de la montmorillonita (MMT) intercalada con lisina proporcionó información fundamental sobre la distribución granulométrica del material y los efectos del proceso de intercalación. La intercalación de lisina en la MMT generó un incremento en el espacio interlaminar en comparación con la MMT no intercalada, lo que contribuyó al aumento del tamaño de partícula. La distribución granulométrica se realizó en un equipo analizador de tamaño de partículas Mastersizer 3000+, con un rango de medición desde 0.1 a $1000\text{ }\mu\text{m}$.

2.2.5 Absorción de agua y/o capacidad de hinchamiento

Para la realización de esta prueba, se pesaron 20 g de montmorillonita (MMT) y se transfirieron a un vaso de precipitados de 250 mL . A continuación, se adicionó agua destilada desde una probeta de 100 mL en incrementos de 5 mL cada 10 minutos, aplicando agitación mecánica manual con una varilla de vidrio. Este procedimiento se mantuvo hasta alcanzar una consistencia completamente homogénea, es decir, libre de grumos. Posteriormente, la suspensión se dejó en reposo durante 2 horas.

La determinación de la capacidad de absorción o hinchamiento de la arcilla se realizó con base en el volumen total de agua requerido para alcanzar la consistencia homogénea, registrado a partir del volumen consumido en la probeta. Este valor se cuantificó empleando la siguiente ecuación:

$$A(mL/g) = \frac{V(mL)}{W(g)} \quad (1)$$

Ecuación 1. Fórmula para el cálculo del grado de absorción de agua en la bentonita.

Dónde: **A:** Grado de absorción, **V:** Volumen de agua consumida, **W:** Peso de la muestra

2.3 PURIFICACIÓN E INTERCALACIÓN DE LA ARCILLA MMT

2.3.1 Limpieza y/o purificación de la arcilla MMT.

Para el proceso de intercalación (figura 5), se comenzó con la limpieza y/o purificación de la arcilla, esto con el fin de eliminar cualquier rastro de contaminante o material orgánico que pudiera interferir en el proceso de intercalación. Se pesó 20 g de arcilla natural impura, a la cual se le adicionaron 400 mL de agua destilada usando un baño de ultrasonido por 90 minutos a temperatura ambiente, una vez finalizado este tiempo, se dejó en reposo durante 8 horas para que decante (Vargas, 2008).

Luego, se retiró el sobrenadante y se adicionó 5 mL de HCl 2 M, agitando vigorosamente con magnetos en una plancha de agitación por un tiempo de 2 horas. Posteriormente, la mezcla se centrifugó durante 7 minutos a 6.000 rpm y se depositó en una cápsula de porcelana. Finalmente, se secó a 60°C durante 12 horas en el horno y se trituro la muestra con un mortero para su posterior intercalación (Vargas, 2008).

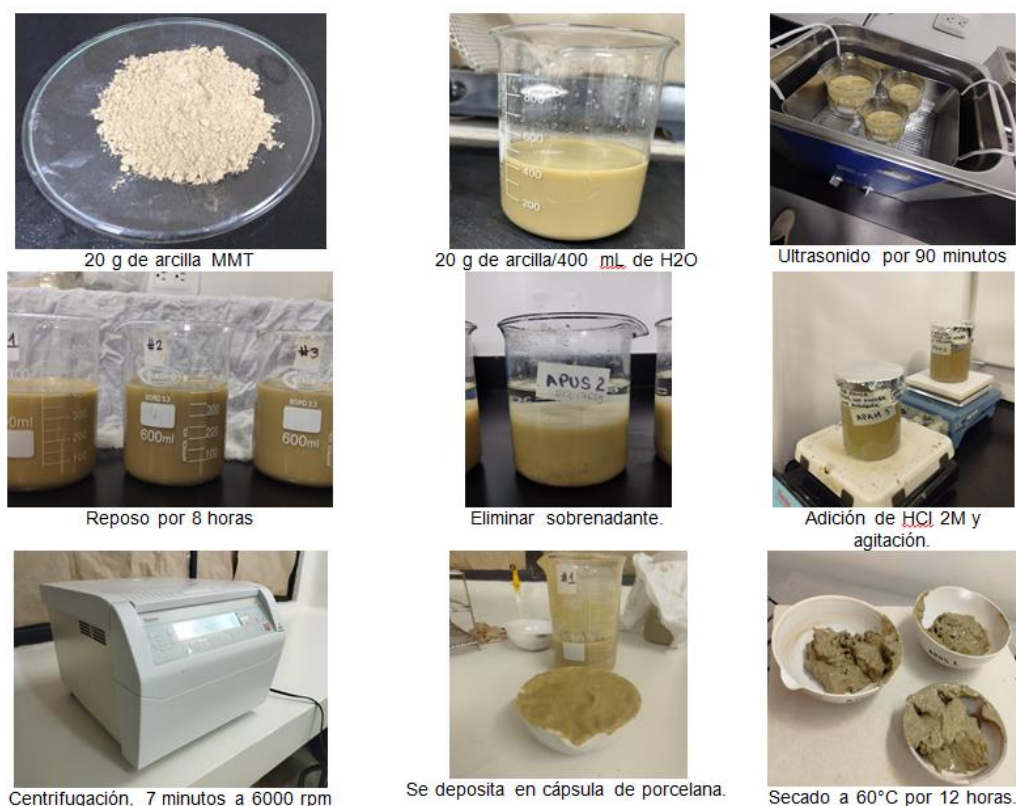


Figura 5: Procedimiento de purificación de la arcilla MMT (Vargas, 2008).

2.3.2 Obtención de arcilla MMT intercalada con el aminoácido

La intercalación de la lisina con la arcilla montmorillonita, se llevó a cabo siguiendo la metodología de Rebitski y colaboradores (Figura 6). Se utilizó el método de intercambio catiónico, que consiste en un desplazamiento de los cationes de sodio de Na^+MMT con el aminoácido protonado. En la modificación de MMT, se tomó 1 g de Na^+MMT dispersó en 70 mL de agua destilada, durante 5 minutos para hinchar la arcilla y facilitar la intercalación con el aminoácido. Seguidamente, se adicionó 0.5 g de lisina lentamente bajo agitación magnética continua usando una plancha de agitación y magnetos durante 24 horas a temperatura ambiente. A continuación, la intercalación de arcilla-aminoácido se centrifugo durante 7 min a 6.000 rpm, para separar el sólido del sobrenadante y luego se secó durante 12 horas en el horno a 60 °C (Rebitski, 2018).

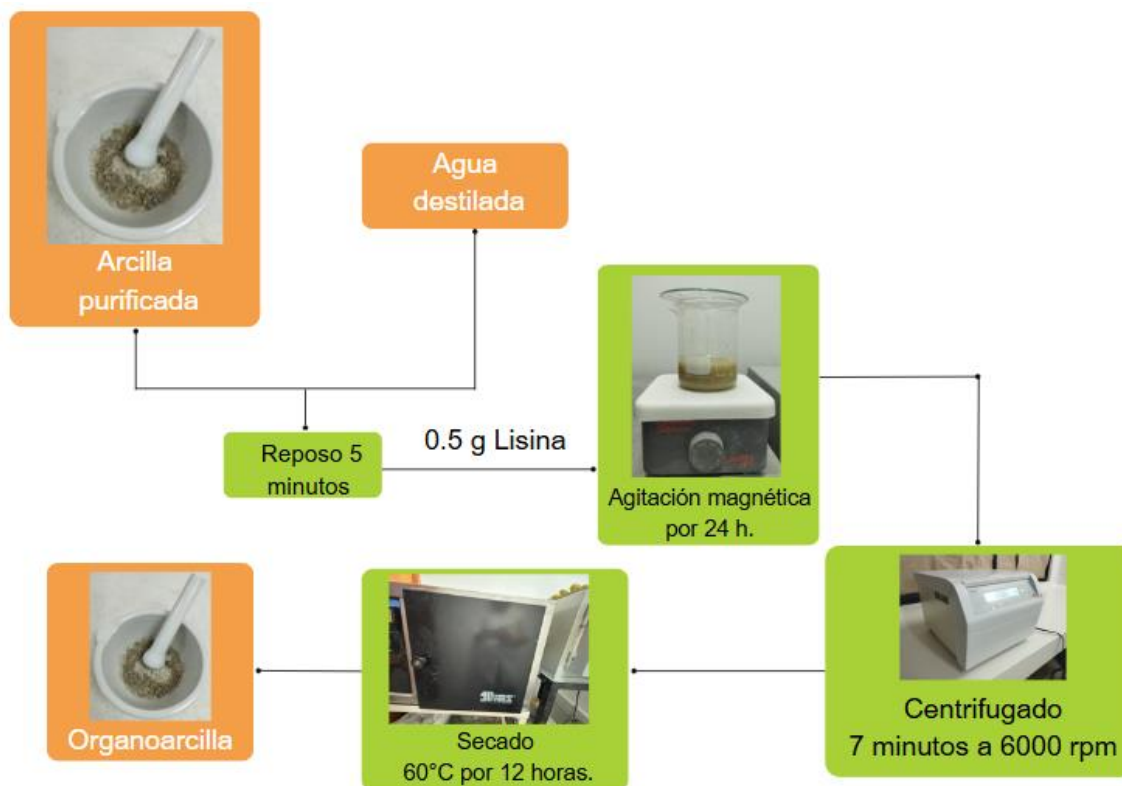


Figura 6: Procedimiento para la preparación de la organoarcilla MMT-lisina.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

a. Infrarrojo (FTIR)

La importancia de esta caracterización radica en su capacidad para identificar y analizar los grupos funcionales presentes en la estructura de la arcilla, lo que permite confirmar la presencia de lisina en la muestra modificada de montmorillonita (MMT).

Con el objetivo de eliminar posibles impurezas inorgánicas y restos de materia orgánica que pudieran interferir en el proceso de intercalación, se realizó un tratamiento de purificación de la montmorillonita (MMT) utilizando

una solución de ácido clorhídrico (HCl). Este tipo de tratamiento se emplea además para mejorar la reactividad de la arcilla, promover la disponibilidad del espacio interlamilar y facilitar la interacción con moléculas orgánicas como los aminoácidos.

Sin embargo, al realizar un comparativo entre los espectros de infrarrojo (IR) de la arcilla sin purificar y la arcilla purificada, no se observaron diferencias significativas entre estos espectros, lo que sugiere que la carga orgánica o metálica removida con el tratamiento ácido no tuvo un impacto evidente en los grupos funcionales detectables por esta técnica. No obstante, se decidió continuar realizar las demás caracterizaciones con la arcilla purificada, considerando que el tratamiento ácido pudo haber inducido la reactividad de la arcilla. Además, utilizar un material previamente purificado proporciona mayor control y reproducibilidad en los procesos de modificación, como lo es la intercalación con lisina, reduciendo la probabilidad de interferencias no deseadas durante las etapas posteriores de caracterización (Komadel, 2003).

En el espectro de infrarrojo de la MMT purificada, se identificó una banda característica entre 960 cm^{-1} y 1100 cm^{-1} (Figura 8), atribuida a las vibraciones de estiramiento tanto en el plano como fuera del plano de los enlaces Si-O y Si-O-Si (Bieseki, 2013). Esta banda estuvo presente tanto en el espectro de la arcilla sin purificar (Figura 7), como en el de la arcilla purificada y la arcilla modificada con lisina (figura 10), lo que evidencia que la estructura silícea de la montmorillonita permaneció estable durante el proceso de purificación e intercalación.

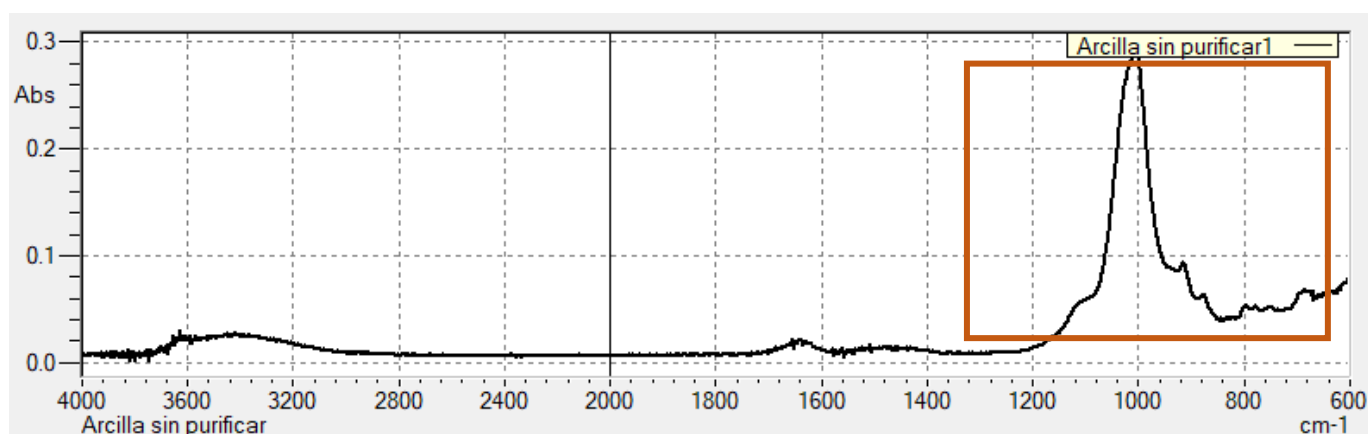
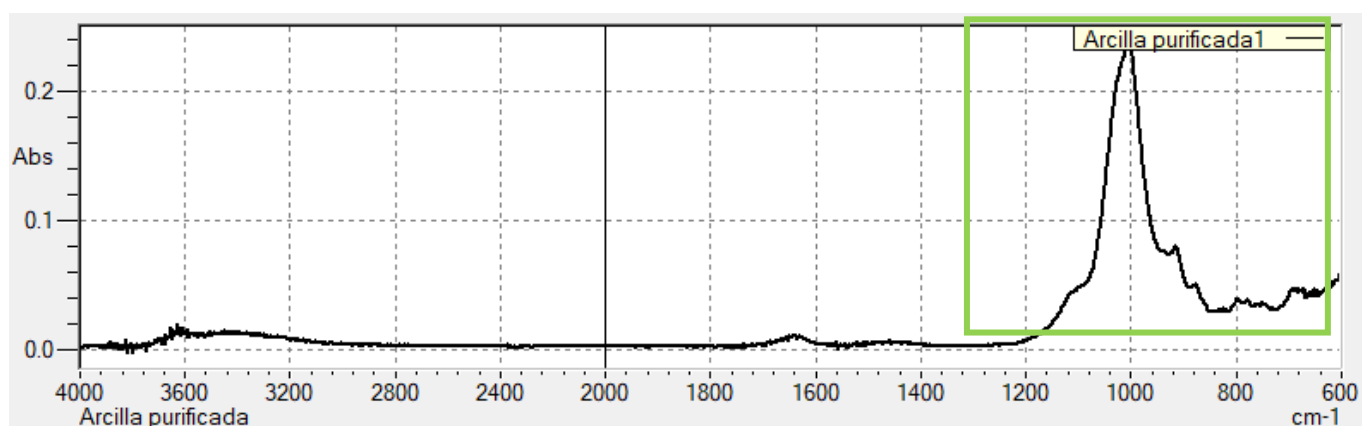


Figura 7: Espectro IR de la montmorillonita sin purificar. (Fuente propia)



— Bandas características de la arcilla: Si-O, Al-Mg-OH, Al-Al-OH.

Figura 8: Espectro IR de la montmorillonita purificada. (Fuente propia)

Por otro lado, el espectro IR de la lisina (Figura 9) mostró una banda ancha en la región comprendida entre 2500 y 3200 cm^{-1} característico a las vibraciones de estiramiento de los grupos CH_2 y NH de los grupos amina protonados ($-\text{NH}_3^+$). Además, se observaron bandas en el intervalo de 1700 a 1720 cm^{-1} , correspondientes al estiramiento del grupo $\text{C}=\text{O}$ del ácido carboxílico ($-\text{COOH}$) en estado neutro. La fuerte banda IR a 1351 cm^{-1} se atribuye a la combinación de la vibración de estiramiento de simetría del carbonilo ($-\text{CO}_2$) que se combina con la vibración de flexión de ($-\text{C}_2\text{H}$). Las otras bandas IR entre 1200 cm^{-1} y 1350 cm^{-1} provienen principalmente de la flexión de enlaces ($-\text{C}-\text{H}$), como las vibraciones de meneo, tijera y torsión de los grupos metileno ($-\text{CH}_3$). La mayoría de las bandas entre 800 cm^{-1} y 1200 cm^{-1} se atribuyen a los modos vibracionales de estiramiento de los enlaces ($-\text{C}-\text{C}$) y ($-\text{C}-\text{N}$) (Yao, 2022).

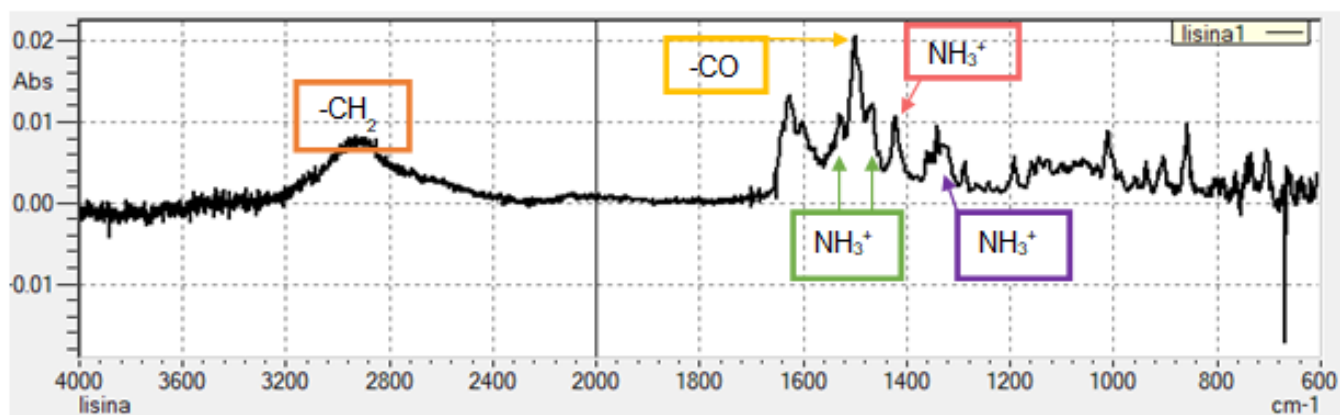


Figura 9: Espectro IR de la lisina. (Fuente propia)

Adicionalmente, las bandas IR alrededor de 3357 cm^{-1} se asigna como las vibraciones de estiramiento de asimetría del grupo amina primario ($-\text{NH}_2$). Probablemente debido a la influencia de los enlaces de hidrógeno intermoleculares, la vibración de estiramiento del grupo amina $-\text{NH}_2$ no muestra bandas de infrarrojo nítidas e identificables, sino que forma varias bandas IR anchas y suaves entre 2000 cm^{-1} y 3600 cm^{-1} . Las bandas identificables entre 2800 y 3200 cm^{-1} se asignan principalmente a las vibraciones de estiramiento asimétrico de los enlaces ($-\text{CH}_2$). La banda IR de 1581 cm^{-1} proviene de la vibración de estiramiento asimétrico de ($-\text{C}-\text{O}$). Varias bandas IR de las vibraciones de tijera de ($-\text{NH}_3^+$) parecen ser las bandas de hombro cerca de la banda muy fuerte de 1581 cm^{-1} . La banda IR fuerte a 1517 cm^{-1} proviene de la tijera simétrica del grupo NH_3 . (Yao, 2022).

Ahora bien, en el espectro de la MMT intercalada (Figura 10), se pudo detectar la aparición de nuevas bandas entre 1400 cm^{-1} y 1600 cm^{-1} atribuibles a los grupos funcionales de la lisina, como los grupos amina (NH_3^+) y ($-\text{CO}$). La aparición de una posición de banda en 796,59 cm^{-1} es debido al estiramiento de Al-Mg-OH que confirma la presencia de cuarzo. Dos bandas débiles en 938,81 cm^{-1} y 1421,46 cm^{-1} se deben a la flexión O-H del grupo ácido carboxílico y C-H. Una banda estrecha y débil en 2380,24 cm^{-1} confirma el grupo de compuestos CO_2 . Las bandas anchas y medianamente afiladas de 698,49 cm^{-1} se deben al estiramiento de Si-O , Si-O-Al y Si-O-Si (Kumar, 2020).

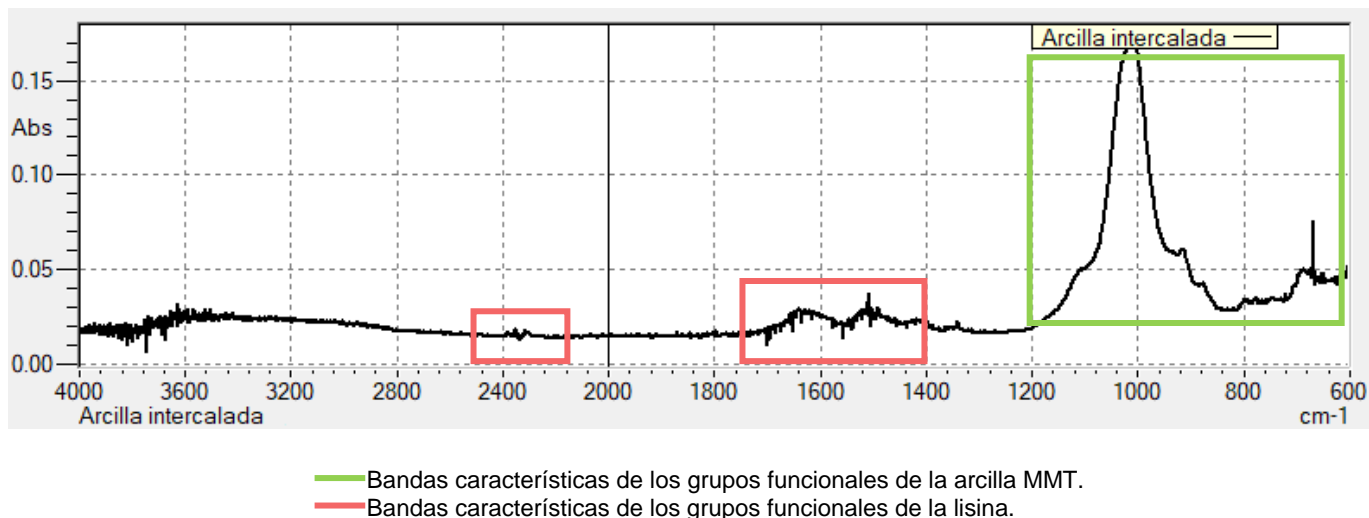


Figura 10: Espectro IR de la MMT intercalada con lisina (Fuente propia).

Asimismo, se registraron desplazamientos y cambios en la intensidad de algunas bandas, lo que sugiere interacciones entre los grupos funcionales de la lisina y la superficie de la MMT. Estas interacciones pueden explicarse por la formación de enlaces de hidrógeno y atracciones electrostáticas entre los grupos amina y carboxilo de la lisina con las superficies cargadas de la arcilla (Kumar, 2020).

La presencia de los grupos funcionales característicos de la lisina en el espectro de la MMT modificada proporcionan evidencia de la interacción química entre la lisina y la arcilla, promoviendo una modificación estructural que modificó sus propiedades fisicoquímicas, lo cual se evidencia en los cambios obtenidos en la prueba de determinación de la capacidad de hinchamiento de la arcilla pre y post a la reacción con la lisina. Sin embargo, no se puede descartar completamente que parte de la lisina detectada en el espectro corresponda a residuos del aminoácido libre presente en el sistema.

En este contexto, la comparación de los espectros FTIR de la MMT sin intercalar y la MMT intercalada con lisina es esencial para corroborar la presencia del aminoácido en la estructura de la arcilla y analizar su impacto en la estabilidad, funcionalidad y las posibles aplicaciones potenciales del material modificado.

b. Análisis termogravimétrico (TGA)

Con el propósito de verificar el éxito del proceso de intercalación de la arcilla con lisina, se llevó a cabo el análisis termogravimétrico (TGA) tanto de la arcilla sin modificar como de la arcilla intercalada, con el fin de evaluar su comportamiento térmico y determinar su tiempo de descomposición. De acuerdo con los resultados obtenidos, en la prueba TGA se considera que la línea azul en las gráficas representa la curva del flujo de calor normalizado, mientras que la línea verde corresponde a la variación del peso de la muestra durante el análisis.

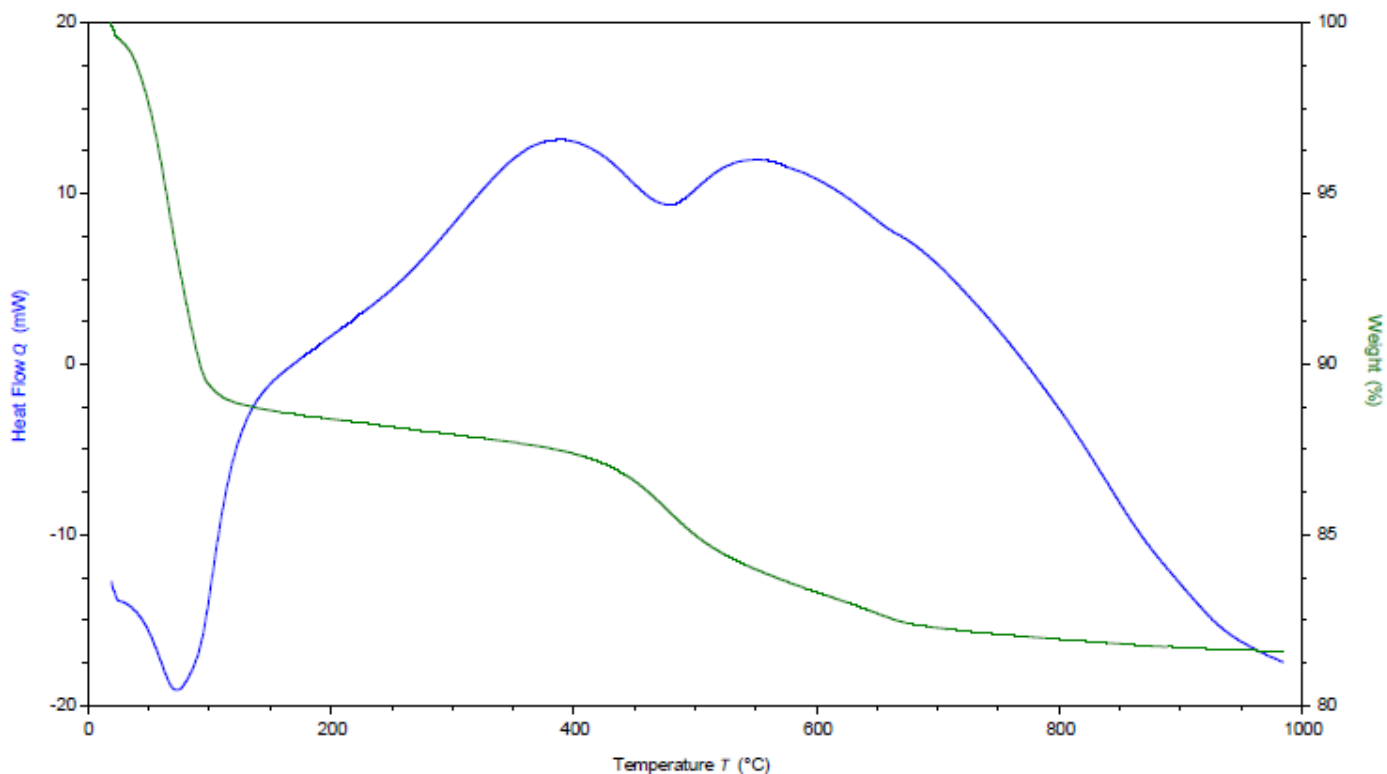


Figura 11. TGA de arcilla sin intercalación. (Fuente propia)

Al comparar los termogramas de la MMT sin intercalar (Figura 11) y la MMT intercalada con lisina (Figura 12), se observan diferencias en las etapas de pérdida de masa, reflejando la incorporación de la lisina en la estructura de la arcilla.

En el caso de MMT sin modificar, la principal pérdida de peso se produjo en dos dominios de temperatura, se puede observar varias etapas significativas de pérdida de masa (figura 11). El primer dominio de temperatura entre 50°C a 150°C se puede atribuir principalmente a la pérdida de agua libre y al agua débilmente retenida en los espacios interlaminares. La pérdida de peso final entre 450 y 668,46°C se atribuye a la deshidroxilación de la MMT, pérdida de grupos hidroxilo estructurales de la MMT, lo que indica la descomposición parcial de la red cristalina de la arcilla (Shokri, 2017).

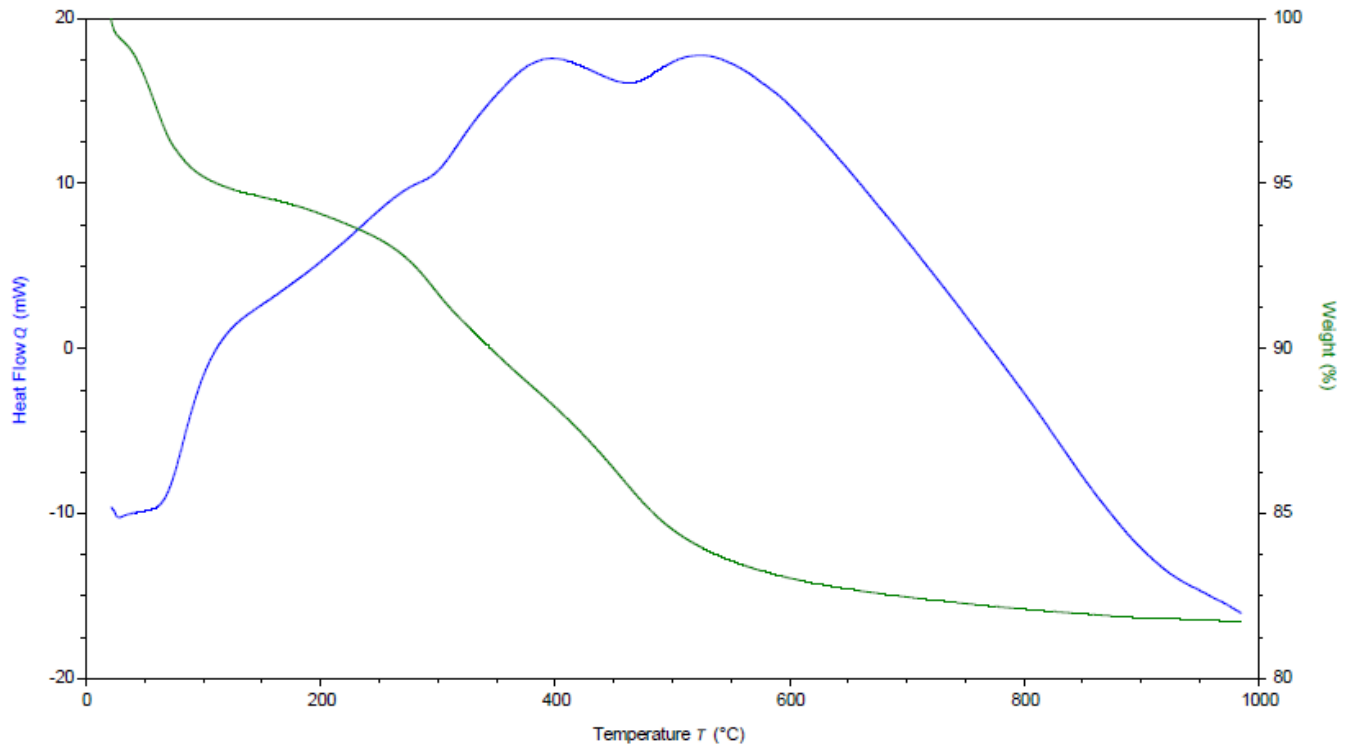


Figura 12. TGA de arcilla MMT-lisina (Fuente propia).

En el análisis termogravimétrico de la montmorillonita intercalada con lisina (MMT-lisina), presentado en la Figura 12, se observa una pérdida de masa inicial en el rango de temperatura de 40°C a 150°C. Esta etapa se atribuye a la eliminación del agua adsorbida en la superficie, el agua asociada a los cationes de la capa intermedia, la deshidroxilación parcial de los grupos estructurales de la arcilla y la transformación de la superficie de hidrófila (montmorillonita) a hidrófoba (órganoarcilla) como resultado del proceso de intercalación (Demir, 2014).

En comparación con la MMT no intercalada, esta etapa se ve influenciada por la presencia del aminoácido, ya que su interacción con la arcilla puede alterar la cantidad de agua retenida en la estructura de la arcilla. Estos resultados sugieren que la lisina se ha intercalado entre las capas de la arcilla, lo cual es favorecido por su estructura compacta y no ramificada (Demir, 2014).

Posteriormente, se da otra pérdida de masa a 200–600°C está relacionada con la degradación térmica de la lisina intercalada, la magnitud de esta pérdida dependerá de la cantidad de lisina presente y de la forma en que esté intercalada (adsorbida en la superficie o dentro del espacio interlaminar). Esta etapa puede mantenerse similar a la MMT pura, sin embargo también se puede observar un ligero desplazamiento o cambio en la intensidad de la pérdida de masa el cual depende de la interacción entre la lisina y la estructura de la arcilla (He, 2006).

El termograma de la montmorillonita intercalada con lisina (MMT-lisina) muestra diferencias de pérdida de masa en comparación con la MMT sin intercalar, destacándose la presencia de una pérdida de masa adicional atribuida a la degradación térmica de la lisina, así como variaciones en la pérdida de agua y en la estabilidad térmica de la arcilla.

c. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

En la Figura 13 se muestran las micrografías SEM de las partículas minerales de motmorillonita antes de realizar el proceso de intercalación.

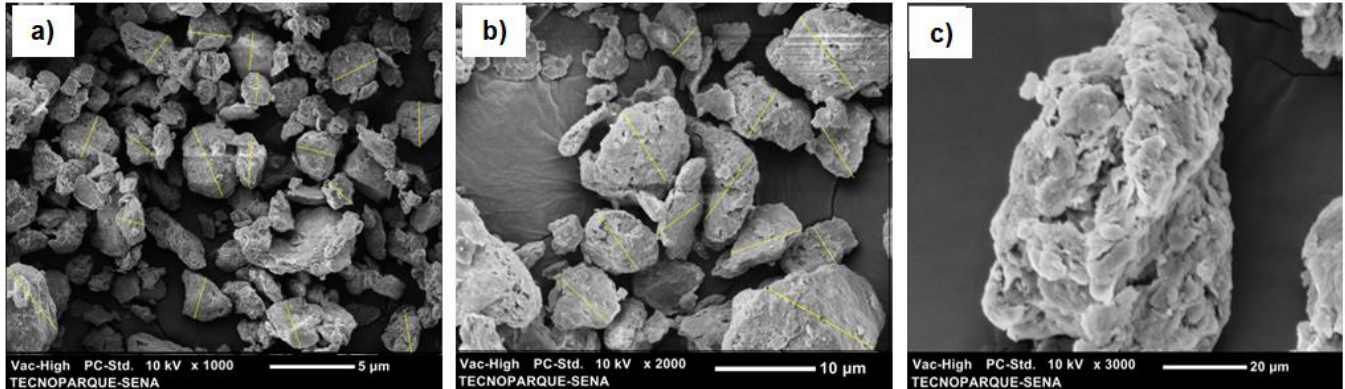


Figura 13. Micrografías SEM de partículas minerales de la MMT pura. (Fuente propia)

En todas las micrografías de la MMT pura se evidenció la presencia de dos poblaciones de agregados pseudo-esféricos con bordes irregulares. En la Figura 13, se observa una morfología característica de partículas laminares aglomeradas, con superficies lisas y bordes definidos, típicas de las arcillas esmectíticas. Estas láminas presentan un apilamiento compacto, lo cual es indicativo de una estructura ordenada y sin modificación química. La superficie de las partículas presenta poros, intersticios y cavidades. Dichas características morfológicas, típicas de las arcillas naturales, son las responsables de la alta capacidad de hinchamiento que poseen estos materiales (Naswir, 2013; Modabberi, 2015).

En contraste, en las micrografías obtenidas de la montmorillonita (MMT) intercalada con lisina (Figura 14), presentó una morfología más desordenada, menor grado de compactación y una distribución más heterogénea de las partículas,. Se observaron estructuras más abiertas y con una aparente mayor separación, lo cual sugiere un posible efecto del proceso de intercalación. Asimismo, se evidencian estructuras más porosas lo que sugiere un incremento en la distancia interlaminares y posibles modificaciones en la superficie del material. La presencia de regiones con morfología menos definida podría estar relacionada con la interacción de la lisina con la arcilla, lo que daría lugar a fenómenos de agregación o a la formación de un recubrimiento sobre las partículas de MMT (Naswir, 2013).

La modificación superficial puede atribuirse a la incorporación del aminoácido en los espacios interlaminares, lo que provoca una expansión de la estructura y un aumento en la porosidad aparente del material. Estos cambios morfológicos, aunque cualitativos, apoyan la hipótesis de que la lisina fue incorporada en la estructura de la arcilla, promoviendo una reorganización de las láminas.(Naswir, 2013).

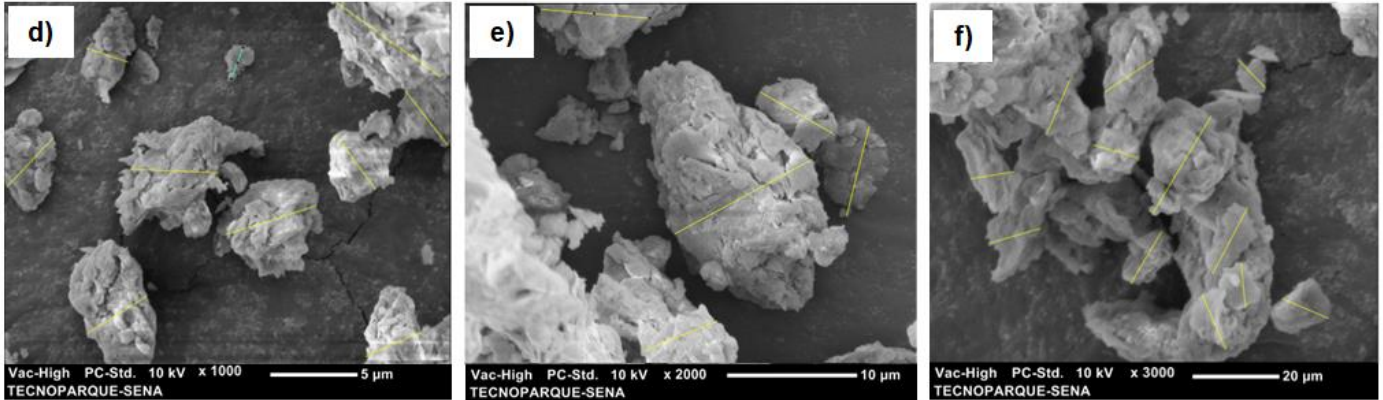


Figura 14. Micrografías SEM de partículas minerales de la MMT intercalada con lisina (Fuente propia).

d. Tamaño de partícula por difracción láser (DL)

A través del análisis de las gráficas de difracción láser, es posible detectar la expansión o contracción del material en función de la modificación química realizada, de esta manera determinar el tamaño de partícula en función de la distancia basal, que representa el espacio interlamilar entre las capas de la arcilla. Mediante esta evaluación, se pueden identificar variaciones en dicho espaciado, lo que constituye una evidencia directa de la incorporación de un compuesto de interés en la estructura de la montmorillonita (MMT) (Sibeles, 1999).

Mediante el análisis por DL, se evaluaron los cambios estructurales en la montmorillonita, antes y después de su intercalación con lisina (Figuras 15 y 16).

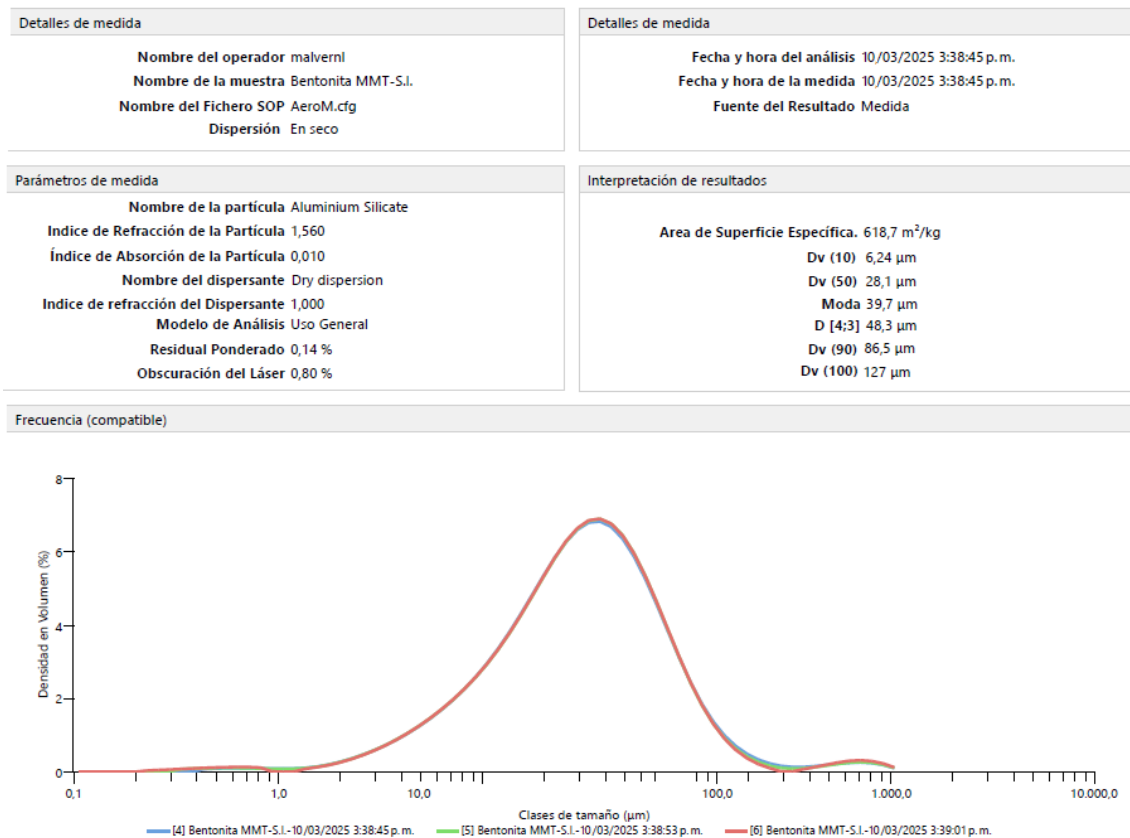


Figura 15. DL de la arcilla sin intercalación (Fuente propia).

Detalles de medida Nombre del operador malvern Nombre de la muestra Bentonita MMT-I. Nombre del Fichero SOP AeroM.cfg Dispersión En seco	Detalles de medida Fecha y hora del análisis 10/03/2025 3:52:03 p.m. Fecha y hora de la medida 10/03/2025 3:52:03 p.m. Fuente del Resultado Medida
Parámetros de medida Nombre de la partícula Aluminium Silicate Índice de Refracción de la Partícula 1,560 Índice de Absorción de la Partícula 0,010 Nombre del dispersante Dry dispersion Índice de refracción del Dispersante 1,000 Modelo de Análisis Uso General Residual Ponderado 0,31 % Obscuración del Láser 0,95 %	Interpretación de resultados Area de Superficie Específica. 397,4 m ² /kg Dv (10) 10,6 µm Dv (50) 39,8 µm Moda 49,7 µm D [4;3] 50,7 µm Dv (90) 107 µm Dv (100) 240 µm
Frecuencia (compatible)	

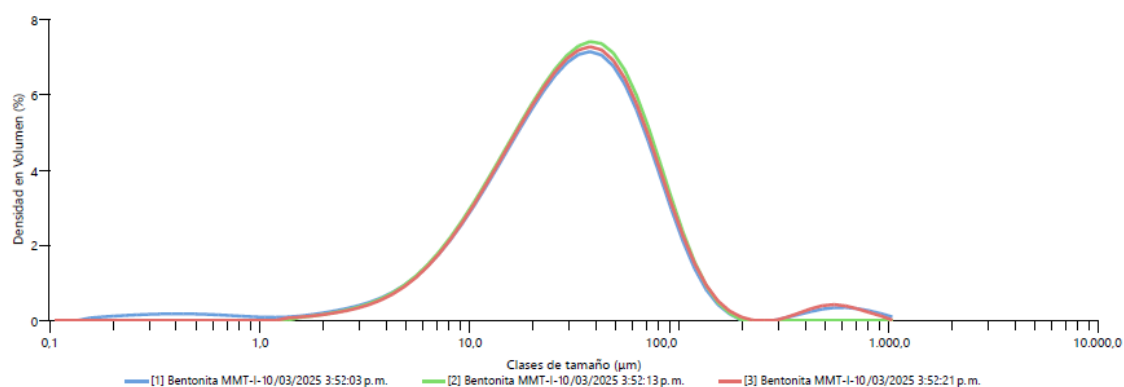


Figura 16. DL de la arcilla intercalada con lisina (Fuente propia).

La comparación de los valores obtenidos antes y después del proceso muestra un incremento en todas las métricas analizadas, lo que sugiere una modificación estructural en la arcilla como resultado de la incorporación de la lisina en el espacio interlamilar. Estos parámetros brindan información detallada sobre la distribución granulométrica del material, aspecto fundamental para comprender los cambios en su morfología y comportamiento fisicoquímico (Tuesta 2005; Ting 2019).

En primer lugar, el aumento del D₁₀ de 6.24 µm a 10.6 µm sugiere que las partículas más pequeñas han experimentado un proceso de expansión o aglomeración, probablemente como resultado de la modificación de la superficie de la montmorillonita (MMT) y la formación de estructuras de mayor tamaño a partir de partículas más finas. Este fenómeno puede estar asociado al incremento de las interacciones intermoleculares tras el proceso de intercalación, favoreciendo una mayor cohesión entre las partículas y, en consecuencia, una redistribución en la granulometría del material (Parbhakar, 2007).

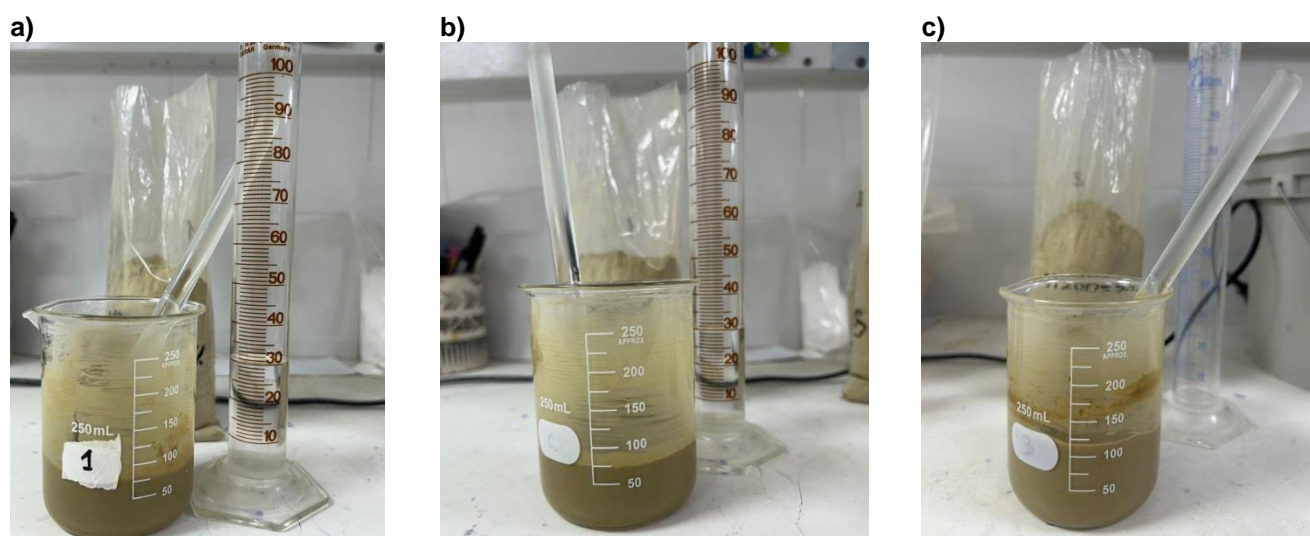
Por otro lado, el aumento de D₅₀ de 28.1 µm a 39.8 µm indica que el tamaño promedio de las partículas también ha crecido de manera significativa. Este resultado es consistente con la expansión de la distancia basal observada, lo que confirma que la lisina se ha incorporado exitosamente en la estructura laminar de la MMT, generando un incremento en el espaciado interlamilar y, por ende, en el tamaño de las partículas individuales y sus agregados.

Finalmente, el incremento de D₉₀ de 86.5 µm a 107 µm revela que las partículas más grandes dentro de la distribución también han aumentado de tamaño. Esto puede atribuirse a la tendencia de la MMT intercalada a formar estructuras más organizadas y a una mayor interacción entre las partículas modificadas, lo que favorece la formación de agregados más voluminosos en comparación con la MMT sin modificar.

En conjunto, estos resultados evidencian que el proceso de intercalación con lisina no solo modifica la distancia basal sino que también impacta significativamente su distribución de tamaño de partícula. El aumento en D_{10} , D_{50} y D_{90} sugiere una mayor estabilidad estructural y una tendencia a la formación de agregados de mayor tamaño, lo que podría influir en diversas propiedades fisicoquímicas del material, como su capacidad de hinchamiento, su comportamiento en medios acuosos y su potencial uso en aplicaciones industriales y ambientales.

Estos hallazgos refuerzan la importancia de combinar técnicas de DRX para obtener una caracterización más completa de la modificación de arcillas, permitiendo evaluar de manera precisa los efectos de la intercalación y su impacto en las propiedades del material (Parbhakar, 2007).

e. Absorción de agua y/o capacidad de hinchamiento



a) Prueba para la MMT sin purificar. b) Prueba para la MMT purificada. c) Prueba para la MMT intercalada.

Figura 17: Determinación de la capacidad de absorción.

La MMT es una arcilla con una alta capacidad de absorción de agua debido a su superficie cargada negativamente y a la presencia de cationes intercambiables que retienen agua en su entorno. Su estructura laminar permite la adsorción de moléculas de agua tanto en la superficie como en los espacios interlaminares (Flores, 2018).

La intercalación de lisina en la montmorillonita (MMT) puede modificar su hidrofilia, dependiendo de la cantidad de lisina incorporada y de su orientación dentro del espacio interlaminar. La lisina es un aminoácido con grupos funcionales polares (grupos amina y carboxilo), los cuales pueden interactuar con el agua, favoreciendo la retención de humedad en la MMT (Flores, 2018).

Si la lisina se orienta con sus grupos polares expuestos hacia el entorno acuoso, puede aumentar la hidrofilia de la MMT intercalada, facilitando la interacción con el agua. Sin embargo, si la intercalación de lisina ocurre en altas concentraciones y genera una reorganización estructural que disminuye el acceso del agua a los sitios activos de la MMT, la hidrofilia podría reducirse parcialmente. Si la lisina desplaza algunos cationes de intercambio y deja accesibles sus grupos funcionales polares, la MMT intercalada puede adsorber mayor cantidad de agua que la MMT pura. En algunos casos, la intercalación puede inducir una redistribución de la carga superficial, modificando la afinidad de la arcilla por el agua (Flores, 2018).

En las figuras a, b y c (Figura 17) se pueden observar las pruebas desarrolladas, se puede observar que entre la MMT sin purificar y la MMT purificada no hay cambios significativos en cuanto a la cantidad de agua absorbida, sin embargo si se aprecia la variación en cuanto al agua absorbida por la MMT antes y después del proceso de intercalación. Se observa que, tras un tiempo de 2 horas según el procedimiento establecido, el volumen de agua absorbido por la muestra con MMT intercalada fue de 100 mL, lo cual es significativamente mayor en comparación con el volumen de agua absorbido por la muestra de MMT sin intercalar con y sin purificación, que fue de 70 mL. Con el propósito de cuantificar el cambio en la capacidad de hinchamiento de la montmorillonita antes y después del proceso de intercalación, se empleó la ecuación 1. A continuación, se presentan los resultados obtenidos.

$$A = \frac{70 \text{ mL}}{20 \text{ g}} = 3.5 \frac{\text{mL}}{\text{g}} \quad (2)$$

$$A = \frac{70 \text{ mL}}{20 \text{ g}} = 3.5 \frac{\text{mL}}{\text{g}} \quad (3)$$

$$A = \frac{100 \text{ mL}}{20 \text{ g}} = 5 \frac{\text{mL}}{\text{g}} \quad (4)$$

Los resultados obtenidos en la cuantificación de la capacidad de absorción de agua de la montmorillonita (MMT) antes y después del proceso de purificación e intercalación con lisina (según ecuación 1) muestran una variación significativa en esta propiedad. La MMT sin intercalar con y sin purificación presentó una capacidad de absorción de agua igual antes y después del proceso de purificación (Ecuación 2 y 3) pero menor en comparación con la MMT intercalada (Ecuación 4), lo que sugiere que la presencia de lisina que se encuentra interaccionando con la MMT influye directamente en la retención de agua del material.

En particular, se observó un incremento de 1.5 mL/g en la capacidad de absorción de agua de la MMT intercalada con lisina en relación con la MMT sin intercalar y/o sin purificar. Este aumento puede atribuirse a las interacciones electrostáticas y enlaces de hidrógeno formados entre la lisina y la estructura laminar de la MMT. La lisina, al ser una molécula anfifílica con grupos funcionales capaces de interactuar con el agua, podría estar facilitando una mayor captación de humedad en la estructura modificada (Tuesta, 2005).

Además, la intercalación de lisina puede estar generando un incremento en la separación interlaminar de la MMT, lo que permitiría una mayor accesibilidad del agua a la estructura del material. Esta hipótesis es consistente con estudios previos que indican que la incorporación de compuestos orgánicos en materiales arcillosos puede modificar sus propiedades hídricas y su comportamiento frente a la humedad (Tuesta, 2005).

Los resultados obtenidos confirman que la interacción de lisina en la MMT es efectiva para inducir un cambio en la capacidad de absorción de agua. Esto podría tener implicaciones en diversas aplicaciones, como en la adsorción de contaminantes o toxinas con propiedades específicas. Sin embargo, sería conveniente realizar estudios complementarios para evaluar la estabilidad de la intercalación y su efecto en diferentes condiciones ambientales.

4. CONCLUSIONES

La purificación de la montmorillonita (MMT) no produjo cambios significativos que se evidenciaran en las caracterizaciones realizadas.

En la caracterización por espectroscopia IR tanto de la arcilla purificada y sin purificar se evidenciaron las bandas características asociadas a los enlaces Si-O, Al-Mg-OH y Al-Al-OH, propias de la estructura cristalina de la MMT. Estas señales también se presentaron en los espectros correspondientes a la MMT intercalada con lisina, indicando que la estructura silícea de la arcilla permaneció estable durante el proceso de modificación.

En el espectro IR de la arcilla intercalada se pudo observar la presencia de lisina, la cual fue confirmada a través de la aparición de las bandas correspondientes a los grupos funcionales de este aminoácido. Esto sugiere una interacción efectiva lisina-arcilla que promovió modificaciones en la estructura interna del material, afectando positivamente sus propiedades fisicoquímicas, en particular la capacidad de hinchamiento.

Las micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) revelaron una morfología más porosa y una distribución más heterogénea de las partículas en la MMT intercalada, en comparación con la arcilla no modificada. Estos cambios morfológicos son indicativos de una posible expansión interlaminaar como consecuencia del proceso de intercalación. Por su parte, el análisis de distribución de tamaño de partícula por difracción láser mostró variaciones notables en los parámetros D_{10} , D_{50} y D_{90} , lo que respalda la hipótesis de un aumento en la distancia interlaminaar provocado por la interacción entre la lisina y la arcilla.

La prueba de capacidad de hinchamiento permitió evidenciar el efecto del proceso de interacción de la lisina sobre la absorción de agua de la arcilla. La MMT intercalada con lisina presentó un incremento de 1.5 mL/g de la capacidad de hinchamiento respecto a la MMT sin modificar, lo que ratifica la existencia de cambios estructurales y funcionales inducidos por la incorporación del aminoácido.

Se concluye que a pesar de que no se realizaron pruebas adicionales que permitieran identificar el lugar puntual de la interacción de la lisina con la montmorillonita (MMT), si se pudo corroborar por medio de la prueba de capacidad de hinchamiento que la reacción generada entre la lisina y la MMT, mejoró las propiedades fisicoquímicas de la arcilla, particularmente en lo referente al incremento de su capacidad de hinchamiento

Se recomienda para futuros trabajos de investigación, la realización de ensayos específicos de adsorción que permitan evaluar cuantitativamente la eficacia de la organoarcilla obtenida en la remoción de aflatoxinas en matrices reales, con el fin de validar su aplicabilidad como agente desintoxicante en sistemas agroindustriales.

5. AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, agradezco profundamente a Dios por haberme brindado la fortaleza, perseverancia y salud necesarias para culminar esta etapa tan significativa en mi formación profesional.

A mi familia, por su amor incondicional, comprensión y constante apoyo moral y emocional. Gracias por creer en mí incluso en los momentos más difíciles.

A mi hijo, por ser mi mayor fuente de inspiración y motivación. Su existencia me impulsó a seguir adelante con determinación, recordándome cada día el propósito de mis esfuerzos.

Al equipo de IMPADOC S.A. por brindarme el espacio y los recursos necesarios para llevar a cabo la parte experimental de este trabajo.

A mi tutor de trabajo de grado, Dr. Jhon Jairo Ríos, por su paciencia, acompañamiento y conocimiento durante el desarrollo de este proyecto. Su acompañamiento fue clave para orientar correctamente cada etapa del trabajo.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Bieseki L., Bertell F., Treichel H., Penha F. Sibebe B., Pergher C. (2013) "Acid treatments of montmorillonite-rich clay for Fe removal using a factorial design method". *Materials Research*. Vol. 16 <https://doi.org/10.1590/S1516-14392013005000114>
- Demir F., Demior B. Yalcinkaya E., Cevik S., Demirkol D., Anik U., Timur S. (2014) "Amino acid intercalated montmorillonite: Electrochemical biosensing applications". *RSC Advances*. Vol. 4. <https://doi.org/10.1039/C4RA07026G>
- Donat P., Ramos A., (2019) "New mycotoxin adsorbents based on tri-octahedral bentonites for animal feed", *Animal Feed Science and Technology*, Vol. 255, <https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2019.114228>
- Flores, F. (2018) "Obtención de Nano-montmorillonitas a partir de montmorillonitas nacionales, para aplicaciones tecnológicas". Tesis doctoral, Universidad Tecnológica Nacional. Centro tecnológico de minerales y cerámica. <http://hdl.handle.net/11336/84222>
- He H., Yang D., Yuan P., Shen W., Frost R. "A novel organoclay with antibacterial activity prepared from montmorillonite and Chlorhexidini Acetas" *Journal of Colloid and Interface Science*. (2006) pp. 235-243. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2005.10.031>
- Khar'kova E.M., Gerasin V.A., (2020) "Influence of small amounts of water and ethanol on Na⁺-montmorillonite solid-state modification by inorganic and organic intercalants", *Applied Clay Science*, Vol. 195. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2020.105734>
- Komadel, P. (2003). *Acid-activated clay minerals*. In F. Bergaya, B. K. G. Theng, & G. Lagaly (Eds.), *Handbook of Clay Science* (Vol. 1, pp. 263–287). Elsevier.
- Kumar A., Lingfa P., (2020) "Sodium bentonite and kaolin clays: Comparative study on their FT-IR, XRF, and XRD". *Materials Today: Proceedings*, Vol. 22, pp. 737-742. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.10.037>
- Legarto M., Benito D., Scian A. & Lombardi M. (2021) "Obtención y caracterización de un monolito nanocompuesto híbrido mediante proceso sol-ge" *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*. Vol. 62. Pp. 123-133. <https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2021.10.001>
- Lobato H., (2017) "Síntesis, caracterización y estudios de liberación de clorhexidina a partir de organoarcillas de montmorillonita o paligorskita, y sus nanocompuestos, para aplicaciones antibacteriales", Tesis Maestría, Centro de investigación científica de Yucatán. Repositorio CICY. <https://cicy.repositorioinstitucional.mx/jspui/handle/1003/865>
- Manahan, S. (2006) *Introducción a la química ambiental*. Reverté. UNAM México. pp. 263
- Martínez, J., Hernández-Rodríguez, M., Méndez-Albores, A., Téllez-Isaías, G., Mera Jiménez, E., Nicolás-Vázquez, M. I., & Miranda Ruvalcaba, R. (2023). "Computational Studies of Aflatoxin B1 (AFB1)" *Toxins*, Vol. 15. Pp. 135. <https://doi.org/10.3390/toxins15020135>
- Modabberi S., Namayandeh A., López A., Viseras C., Setti M., Ran-jbaran M., (2015) "Characterization of Iranian bentonites to be used as pharmaceutical materials", *Applied Clay Science*. Vol. 116-117, Pp. 193-201, <https://doi.org/10.1016/j.clay.2015.03.013>
- Naswir M., Arita S., Marsi S. (2013) "Characterization of bentonite by XRD and SEM-EDS and use to increase pH and color removal, Fe and organic substances in peat water", *Journal of Clean Energy Technologies*, Vol. 1. Pp. 13-17. DOI:10.7763/JOCET.2013.V1.71

- National Center for Biotechnology Information (2025). PubChem Compound Summary for CID 5962, Lysine. Retrieved April 4, 2025 from <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Lysine>
- Parbhakar A, Weiss D., (2007) “Adsorption of L-lysine on montmorillonite”, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, Vol. 307. Pp. 142-149. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2007.05.022>
- Pinto G., Martín M. Martín M.T. (2017) “Enfriamiento del agua en recipientes cerámicos porosos un recurso para la formación en competencias”. Innovación Educativa de Didáctica de la Química. Universidad Politécnica de Madrid. pp 420. (2017). <https://www.researchgate.net/publication/316544293>
- Ponsati, E., Canela M., (2005). Gestión de la calidad. Universitat Politècnica de Catalunya. Iniciativa Digital Politécnica. Pp. 67-68. ebooks.upc.edu
- Rebitski E., (2018) “Intercalation of metformin into montmorillonite” Dalton Transactions” Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid. <https://doi.org/10.1039/C7DT04197G>
- Shokri E., Yegani R. & Akbarzadeh A. (2017) “Novel adsorptive mixed matrix membranes by embedding modified montmorillonite with arginine amino acid into polysulfones for As (V) removal”. Applied Clay Science, Vol 144. Pp. 141-149. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.05.011>
- Sibele B., (1999) “Preparation and properties of a montmorillonite clay pillared with aluminium polyhydroxycations” Química Nova. Vol. 22. <https://doi.org/10.1590/S0100-40421999000500004>
- Ting Z., Zhou C., Bwalya F., Wu Q. (2019) “Exfoliation of montmorillonite and related properties of clay/polymer nanocomposites”, Applied Clay Science, Vol. 169, Pp. 48-66. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2018.12.006>
- Tuesta E., Vivas M., Sun R., Gutarra A., (2005) “Modificación química de arcillas y su aplicación en la retención de colorantes”. Revista de la Sociedad Química del Perú. Vol. 71. http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2005000100005
- Vargas Y., Gómez V., Vázquez E., García A., (2008) “Caracterización espectroscópica, química y morfológica y propiedades superficiales de una montmorillonita mexicana” Revista Mexicana de ciencias geológicas. Vol. 25. https://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1026-87742008000100008
- Yao G., Huang Q., (2022). “Theoretical and experimental study of the infrared and Raman spectra of L-lysine acetylation” Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy. Vol. 278. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2022.121371>
- Zhou H. (2016). “Mixture of palygorskite and montmorillonite (Paly-Mont) and its adsorptive application for mycotoxins”. Applied Clay Science. Vol. 131. Pp 140-143. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.03.012>