

ACIPET

Synthesis of nanoparticles from moringa leaf extract for inhibition of asphaltene-related formation damage

Autor(es): J. S. Bejarano, F. B. Cortes, C. A. Franco. Universidad Nacional de Colombia, Especialización Nanotecnología Aplicada en la Industria del Petróleo y Gas

Categoría: Marque con una "X"

- Artículo Técnico
- Tesis Pregrado
- Tesis Posgrado

Derechos de Autor 2022, ACIPET

Este artículo técnico fue preparado para presentación en el XIX Congreso Regional Colombiano de Petróleo, Gas y Energía organizado por ACIPET en Cartagena, Colombia.

Este artículo fue seleccionado para presentación por el comité técnico de ACIPET, basado en información contenida en un resumen enviado por el autor(es).

Abstract

In recent years, the need of solving different challenges of the oil and gas industry has made nanotechnology a key player due to the diverse applications that have been adapted in operations such as drilling, secondary recovery, improved oil recovery (IOR), enhanced oil recovery (EOR) and formation damage inhibition/remediation. Asphaltene precipitation/deposition is one of the industry problems that can be treated with nanotechnology. Thus, the main goal of this project is to synthesize nanoparticles from the leaves of Moringa Oleifera for further inhibition of asphaltene-related formation damage. Characterization techniques are carried out in the laboratory using the Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR), Thermogravimetric Analysis (TGA) and Dynamic Light Scattering (DLS). Also, asphaltene adsorption tests and asphaltene aggregated measurements in the absence and presence of nanoparticles are conducted to evaluate the capture capacity of the synthesized nanoparticles. In general, the results are promising and indicate that these synthesized nanoparticles can act positively in capturing asphaltenes, allowing to reduce costs, reduce the negative impact on the environment and have better control over size and shape.

Palabras Clave

Nanopartículas, Moringa Oleifera, Green Synthesis, Alúmina, Al_2O_3 , Asfaltenos, Daño de Formación.

Introducción

En la industria de los hidrocarburos, el daño de formación es una de las principales causas de pérdida de productividad de petróleo y gas, al igual que origen de reducción en la inyectividad de un pozo. Según Bennion, D. B.,¹ existen diferentes mecanismos de daño de formación: daños mecánicos, químicos, biológicos y térmicos. Entre los mecanismos de daños de formación químicos está la producción de sólidos orgánicos como lo son los Asfaltenos, que son compuestos con alto peso molecular y que se puede precipitar del petróleo por reducciones de temperatura o presión, o generado por el contacto de aceites, alcoholes o ácidos incompatibles. Los asfaltenos existen en estado de agregado en el petróleo y son definidos como los sólidos precipitados del crudo al agregar un exceso de disolvente ligero de hidrocarburo. Estos son causantes de problemas en la explotación de reservorios de petróleo.² El daño de formación por asfaltenos ocurre cuando los yacimientos de petróleo subsaturado se encuentran a presiones por encima del punto de burbuja y cuando existen fenómenos autoasociativos; así, los asfaltenos se depositan sobre los poros de la roca, bloqueando los espacios porosos y afectando la humectabilidad del sistema.³

El uso de nanopartículas en la industria del petróleo es cada vez más común; sin embargo, aún son grandes las posibilidades de crecimiento en esta área. Se ha demostrado su uso potencial en diferentes operaciones de la industria, tales como, en perforación, workover, recobros mejorados o en remoción / inhibición de daños de formación. Esto ha permitido que muchos proyectos de la industria aumenten su porcentaje de producción de hidrocarburos e incluso también de inyectividad. En el caso específico de las nanopartículas de Óxido de Aluminio o Alúmina (Al_2O_3) se han desarrollado diversos proyectos en Colombia y el mundo, siendo una de las más

implementadas en la industria de los hidrocarburos. Su aplicación va desde la inhibición de daño de formación generado por asfaltenos o migración de finos, mejoramiento de la movilidad de crudos pesados y extrapesados, procesos térmicos de recuperación mejorada de petróleo o en cementación de pozos.⁴

En cuanto a la implementación de nanopartículas para la inhibición de asfaltenos se llevó a cabo a nivel global por primera vez en Colombia en el año 2012, en el que se hizo una inyección de nanofluidos en un pozo de Cupiagua. En este se utilizaron nanopartículas de Al_2O_3 dispersas en el fluido compuesto por solventes y alcoholes. Se demostró que las interacciones entre asfalteno y nanopartículas permitían que los asfaltenos prefirieran la fase adsorbida antes que formar agregados. Los resultados de esta implementación fueron exitosos, ya que hubo un incremento en la producción en alrededor 270.000 barriles.⁵ A partir de entonces, como lo ilustran Franco et al. (2017), se han realizado diversos estudios: en sales higroscópicas con nanopartículas de sílice y alúmina; revisando el rol del tamaño de la partícula y la superficie de nanopartículas de sílice y como estas pueden inhibir los asfaltenos a condiciones de altas temperaturas y altas presiones; demostrando que nanopartículas de tipo core-shell (magnetita-sílica) pueden recubrir y regenerar gracias a sus propiedades magnéticas; variando las concentraciones de los asfaltenos o la dosificación de las nanopartículas; entre otras aplicaciones.

Debido a la gran demanda de nanopartículas de Alúmina, la síntesis de nanopartículas ha sido una gran ayuda, ya que ha permitido explorar y conocer más a profundidad su naturaleza y propiedades para tener un control más preciso sobre sus parámetros estructurales. Sin embargo, aunque hay diferentes métodos para sintetizar nanopartículas, la mayoría son costosos y pueden llegar a generar algún tipo de impacto en el medio ambiente. No obstante, en los últimos años se ha empezado a implementar una metodología más sencilla, llamada “Green Synthesis”, que trabaja como método biológico para sintetizar nanopartículas a partir de partes de plantas o microorganismos.⁶ Diversos estudios han revelado las excelentes propiedades que posee la Moringa Oleifera (MO) en sus hojas y semillas. Su gran valor nutricional ha hecho que sea excelente para implementar en diferentes industrias como la alimentaria, la salud, la agrícola o en tratamiento de aguas. Además, se ha evidenciado que el extracto de la hoja de Moringa es prometedor como agente reductor, floculante, purificador y controlador del tamaño de las partículas, debido a las biomoléculas como los aminoácidos, enzimas, proteínas, esteroides, fenoles, enzimas y flavonoides presentes en su estructura.⁷⁻¹⁰ Algunas de sus aplicaciones en la síntesis de nanopartículas incluyen fertilizantes para plantas,¹¹ contrarrestante de células cancerígenas,¹² tratamiento para agua residuales,¹³ removedor de levofloxicina de soluciones acuosas,¹⁴ entre otras.

El objeto principal de esta investigación es demostrar la capacidad que tienen las nanopartículas sintetizadas a partir de extractos de plantas en la industria del petróleo y gas y su aplicabilidad en la misma. Y al igual que en otras industrias, se analiza como la Moringa Oleifera es capaz de ser un material adsorbente debido a sus componentes naturales y sus propiedades removedoras.

Materiales y Datos

Preparación del Extracto de Moringa Oleifera para la “Green Synthesis”. 20 gramos de hojas secas previamente convertidas en polvo de Moringa Oleifera en estado puro fueron disueltos en 200 ml de Etanol en reflujo para evitar la pérdida de la mezcla; esta se mantuvo bajo constante agitación y a una temperatura de 50 °C durante 2 horas. Una vez es completado el tiempo requerido, la mezcla fue enfriada a temperatura ambiente. Finalmente, fue filtrada a partir de papel filtro.¹⁵

“Green Synthesis” de Al_2O_3 -NPs usando el extracto de hojas de Moringa Oleifera. Nitrato de Aluminio fue usado como precursor para la síntesis de nanopartículas de Alúmina (Al_2O_3 -MO). Para asegurar una completa reducción, la sal de aluminio fue disuelta en el extracto acuoso preparado a partir de la Moringa Oleifera en una relación de 1:3. La solución fue agitada continuamente a 600 rpm durante 12 horas a temperatura ambiente y luego centrifugada a 4500 rpm durante 2 horas. A continuación, el precipitado obtenido después de la centrifugada fue lavado con etanol y llevado a una nueva centrifugación durante 1 hora a 4500 rpm; este proceso fue repetido 4 veces para lograr eliminar todas las impurezas presentes. La solución fue secada en una estufa a 60 °C hasta obtener una completa evaporación del etanol presente del lavado. Luego, el precipitado seco fue calcinado en la mufla a 500 °C por 5 horas, en donde las primeras 2 horas la temperatura aumentó progresivamente hasta alcanzar la temperatura final. Para finalizar, el material calcinado fue macerado hasta obtener un polvo de tamaño homogéneo. ¹⁵ La **Figura 1.** ilustra el procedimiento para lograr la síntesis de las nanopartículas.

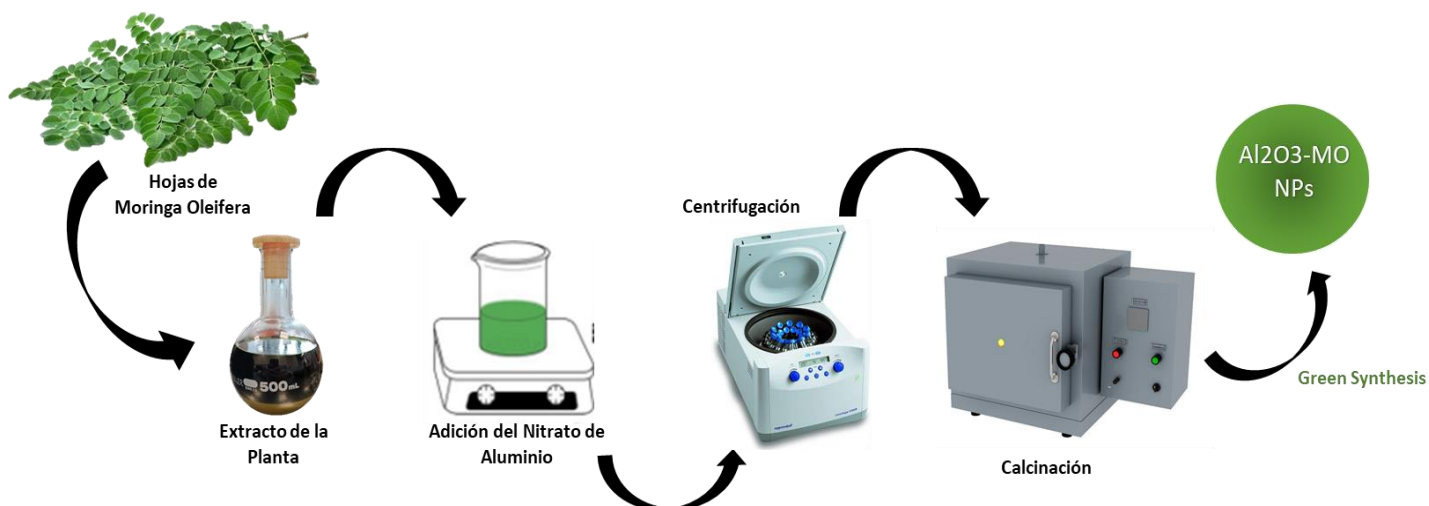


Figura 1. Representación esquemática de la “Green Synthesis” de las Nanopartículas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$.

Caracterización de las nanopartículas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$. El tamaño hidrodinámico de las nanopartículas sintetizadas de Oxido de Aluminio fue caracterizado en el Dynamic Light Scattering (DLS) Nanoplus-3 a diferentes concentraciones preparadas en etanol y agua desionizada previamente agitadas y sonicadas durante 2 horas. Para determinar los grupos funcionales de las nanopartículas, fue utilizada la espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), para realizar esta prueba se realizó la respectiva calibración del equipo con Bromuro de Potasio. Para concluir, el análisis termogravimétrico (TGA) fue llevado a cabo para determinar la estabilidad térmica para posibles condiciones de yacimiento.

Experimento de Adsorción. La prueba de adsorción se llevó a cabo en el Ultraviolet Visible Spectrophotometry (UV-VIS). Para esto se prepararon soluciones de Asfaltenos-Xileno a concentraciones de 100, 80, 60, 40 y 20 ppm para preparar la curva de calibración. Después, la preparación de la isoterma de adsorción se realizó a concentraciones de 100, 500 y 1000 ppm de mg de Asfaltenos por litros de Xileno; luego, por cada 10 ml de solución se agregaron 100 mg de nanopartículas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$.

Además, se midió la cinética de agregación en una solución de 10 ml de Tolueno y 25 mg de Asfaltenos, a la que luego se le añadió 15 ml de n-Heptano. La prueba se realizó en el Dynamic Light Scattering (DLS) Nanoplus-3, primero realizando la medición sin nanopartículas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$ y luego añadiéndolas a una concentración de 500 ppm con respecto a la solución previamente preparada.

Resultados y Discusión

Síntesis de nanopartículas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$

Se pudo evidenciar que la síntesis de nanopartículas logró mejores resultados cuando se preparó el extracto en etanol puro debido posiblemente a su impedimento estérico que dificulta los procesos de condensación, disminuyendo los centros activos y favoreciendo la formación de moléculas menos ramificadas;¹⁶ mientras que cuando se preparó en agua desionizada, el polvo de las hojas secas de Moringa no permitía una mezcla de manera óptima. También el volumen del etanol influyó en el resultado del extracto, ya que fue necesario aumentar a una proporción de 1:10 para que se generara una correcta preparación.

Además, se logró observar que la cantidad de precursor (Nitrato de aluminio) es inversamente proporcional al tamaño de las nanopartículas, ya que se lograron mejores resultados una vez se añadió en mayor proporción al extracto obtenido con la Moringa y el etanol.

Finalmente, se evidenció que la manera correcta de realizar el proceso de secado y calcinación de las nanopartículas es depositando el polvo directamente sobre un recipiente cerámico, ya que al realizar una filtración de los precipitados obtenidos de la centrifugación en un papel filtro, este no permitió su respectiva recolección al final de la síntesis.

Caracterización de las nanopartículas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$

Tamaño hidrodinámico de las nanopartículas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$. Para determinar el tamaño hidrodinámico de las nanopartículas se realizaron tres soluciones a diferentes concentraciones (10, 20 y 50 ppm) de nanopartículas sintetizadas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$ en etanol obteniendo resultados aproximados a los 100 nm, lo cual está en el rango establecido por la IUPAC como tamaño nanométrico. En la **Figura 2.** se muestra un tamaño de partícula de 100.08 nm a una concentración de 50 mg/L. También se pudo evidenciar como al agregar más Nitrato de Aluminio en la síntesis, pasando de una proporción 1:4 con respecto al extracto al pasar a una proporción de 1:3, el tamaño de partícula se redujo. La prueba se llevó a cabo también en soluciones de nanopartículas y agua desionizada, pero se evidenció que el agua no tenía la suficiente capacidad para mantener las nanopartículas dispersas en ella, por lo que los resultados mostraron agregación de las partículas y por lo tanto mayores tamaños.

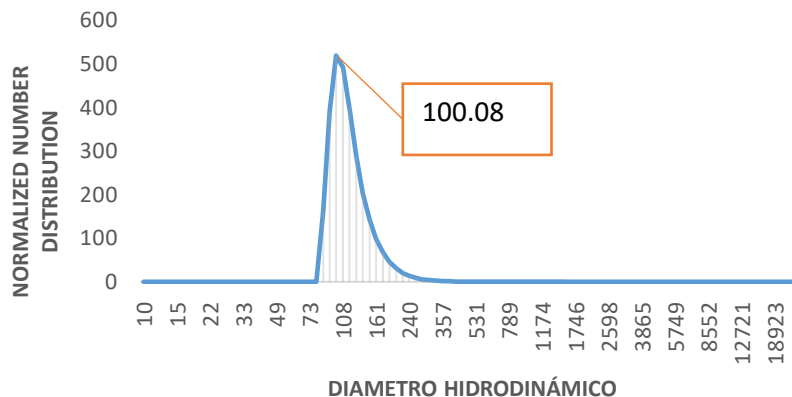


Figura 2. Tamaño hidrodinámico de las nanopartículas sintetizadas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$.

Análisis FT-IR. En la **Figura 3**, se presenta el espectro FTIR correspondiente de las nanopartículas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$ sintetizadas en este proyecto. En este se presentan los grupos funcionales en la superficie de las partículas.

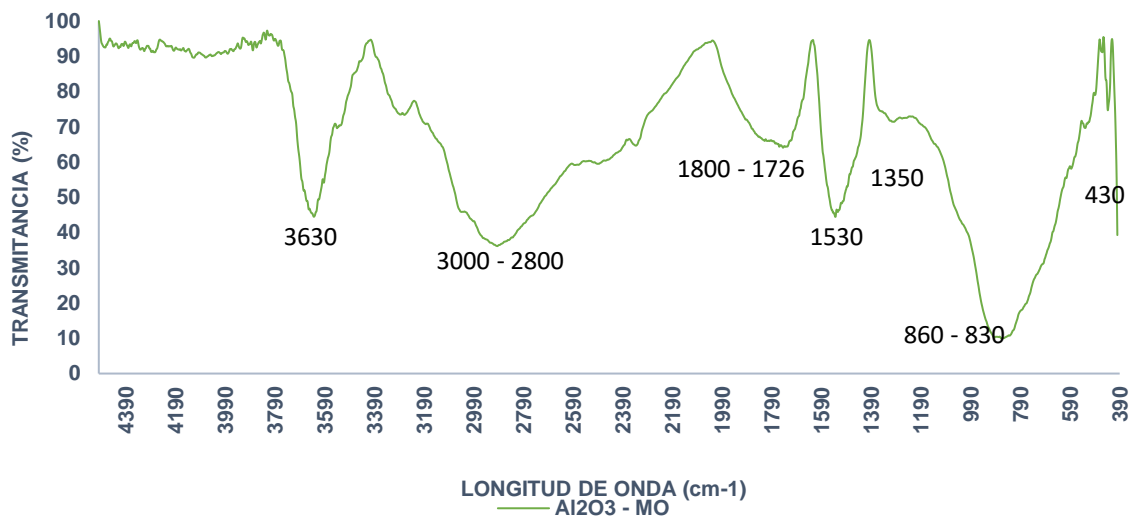


Figura 3. Espectro infrarrojo de las nanopartículas sintetizadas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$.

Se identificaron grupos funcionales pertenecientes a los hidróxidos (O-H) adsorbidos en la superficie de las nanopartículas como se evidencia en la banda de 3630 cm^{-1} y en la banda presente entre 3000 y 2800 cm^{-1} .¹⁷ El rango de bandas entre 1800 y 1726 cm^{-1} representa los grupos funcionales correspondientes a moléculas de agua presentes en la superficie y que han sido adsorbidas por esta. Las bandas de 1530 y 1350 cm^{-1} se atribuyen a moléculas de agua coordinadas en iones de aluminio. La banda ubicada entre 860 y 830 cm^{-1} indica la presencia del grupo funcional de AlO_4 y AlO_6 .¹⁸ Finalmente, la banda de 430 cm^{-1} indica el grupo funcional O - Al - O característico de las partículas de óxido de aluminio con tamaño nanométrico.¹⁹⁻²⁰

Análisis Termogravimétrico. Se utilizó el análisis termogravimétrico (TGA) para examinar la estabilidad térmica de las nanopartículas sintetizadas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$ calentándolas desde $30 \text{ }^\circ\text{C}$ hasta $800 \text{ }^\circ\text{C}$ a una tasa de calentamiento de $20 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$. En la **Figura 4**, se observa la curva termogravimétrica, en la que se presenta una primera disminución del porcentaje de pérdida de peso de aproximadamente 5% a los $50 \text{ }^\circ\text{C}$ provocada por la eliminación de la humedad y la quema de impurezas volátiles. Luego, a los $280 \text{ }^\circ\text{C}$ se genera otra reducción del promedio del peso de 6% ocasionada por la oxidación de la superficie de la nanopartícula. Finalmente, el porcentaje de pérdida de peso se comienza a volver constante a los $600 \text{ }^\circ\text{C}$, por lo que se confirma que logró la estabilidad térmica.²¹

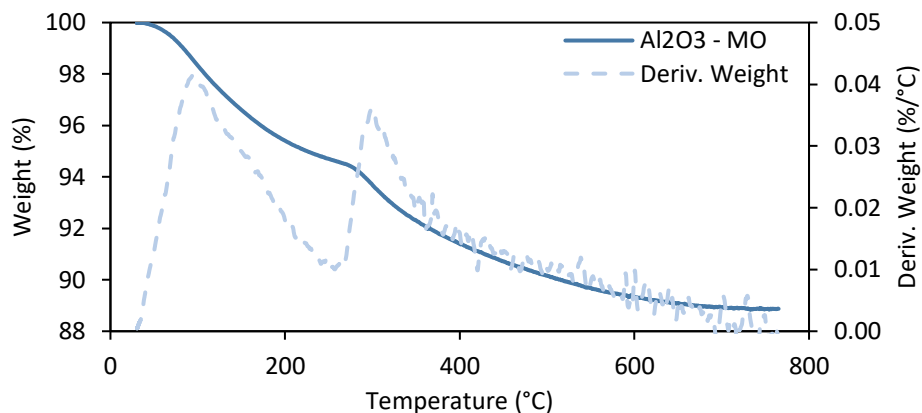


Figura 4. Análisis Termogravimétrico (TGA) de las nanopartículas sintetizadas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$.

Experimento de Adsorción

Isoterma de Adsorción de Asfaltenos. En la **Figura 5**, se muestra la isoterma de adsorción correspondiente al estudio de una solución de Xileno con Asfaltenos a diferentes concentraciones de nanopartículas sintetizadas con el extracto de Moringa Oleifera. Se puede observar que se forma una isoterma de tipo I, la cual evidencia afinidad en la región de Henry. Después, la isoterma comienza a volverse constante, lo que permite deducir que está perdiendo la nanopartícula su capacidad de adsorbancia, ya que no puede recibir más fluido en su espacio poroso. Con estos resultados se puede decir que las nanopartículas sintetizadas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$, adsorben los asfaltenos a gran velocidad, pero su capacidad de adsorbancia no perdura mucho en el tiempo. Además, se utiliza el modelo de adsorción SLE, mostrando una buena concordancia entre los datos obtenidos en este y los del experimento. El modelo predijo de manera correcta los datos experimentales mostrando un %RSME de 0.008387814.

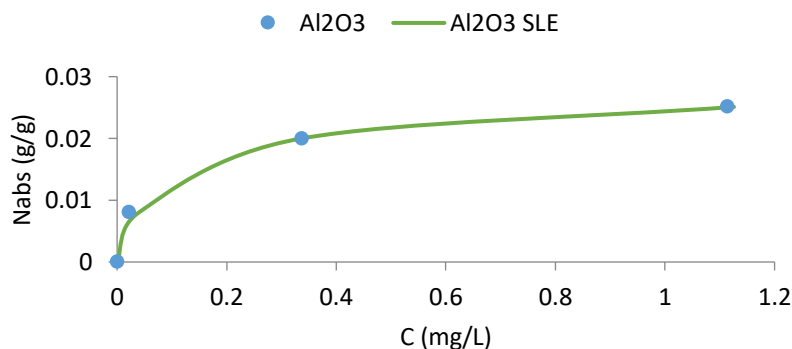


Figura 5. Isoterma de adsorción de Asfaltenos en Xileno con nanopartículas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$.

Cinética de Agregación de Asfaltenos. Tamaños de agregados de asfaltenos fueron medidos en presencia de soluciones de Tolueno y n-Heptano con y sin nanopartículas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MO}$. La **Figura 6**, muestra el comportamiento de como en presencia de nanopartículas sintetizadas de Alúmina el tamaño de agregados disminuye aproximadamente en 100 nm con respecto a aquel que no posee nanopartículas, evidenciando un desempeño positivo de estas como adsorbentes, ya que tienen la capacidad de generar agregados de Asfaltenos.

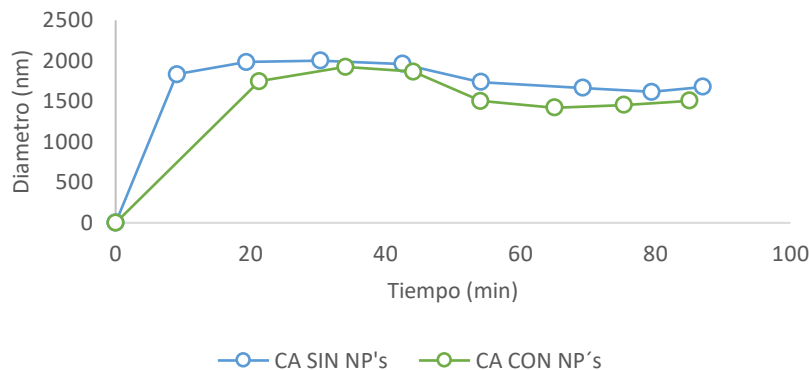


Figura 6. Tamaño de agregados de Asfaltenos con y sin nanopartículas sintetizadas de Al_2O_3 -MO vs. tiempo.

Conclusiones

- El nitrato de aluminio como precursor en la preparación de la síntesis de la nanopartícula de Alúmina a partir del extracto de Moringa Oleifera y el tiempo de calcinación y maceración, inciden en gran medida en el tamaño de las partículas. Al tener una mayor concentración del precursor y a mayor tiempo de maceración y calcinación, se logra reducir el tamaño de las partículas.
- La caracterización realizada a las nanopartículas confirma la buena síntesis de nanopartículas de óxido de aluminio como se evidencia en las bandas de 630 cm^{-1} y 430 cm^{-1} obtenidas en el FT-IR. Además, el tamaño de partícula entra en el rango establecido por la IUPAC al estar en un rango inferior a 100 nm. Finalmente, se evidencia una estabilidad térmica ya que las nanopartículas perdieron escasamente un 11% de peso al llegar a una temperatura de hasta $800\text{ }^\circ\text{C}$.
- Las nanopartículas sintetizadas de Al_2O_3 -MO muestran resultados positivos en adsorción de asfaltenos como se evidencia en la isoterma de adsorción y la cinética de agregación. Las nanopartículas son capaces de adsorber asfaltenos e incrementar el tamaño de sus agregados. Tienen una buena afinidad lo que hace que adsorban de manera rápida; sin embargo, su capacidad adsorptiva no es muy alta.
- La síntesis de nanopartículas de Oxido de Aluminio a partir de extracto de Moringa Oleifera presenta una disminución en el impacto del medio ambiente, puesto que este tipo de síntesis no necesitó ningún tipo de componente ácido o básico para obtener el tamaño nanométrico. Solo fue agregada la sal precursora (Nitrato de Aluminio), por lo que también es un proceso mucho más económico a los convencionales que requieren de otros tipos de compuestos que son más costosos.

Referencias

- 1 Bennion, D. B., (2002). An overview of formation damage mechanisms causing a reduction in the productivity and injectivity of oil and gas producing formations. *J. Can. Pet. Technol (JCPT)*.
- 2 Civan, F., (2015). *Reservoir Formation Damage: Fundamentals, Modeling, Assessment, and Mitigation*. Gulf Publishing Company.
- 3 Franco, C. A., Zabala, R., & Cortés, F. B. (2017). Nanotechnology applied to the enhancement of oil and gas productivity and recovery of Colombian fields. *Journal of Petroleum Science and Engineering*.
- 4 Ali, J., Kalthury, A.M., Sabir, A. N., Rawezh, N. A., Ali, N. H., Abdullah, A.D. (2020). A state-of-the-art review of the application of nanotechnology in the oil and gas industry with a focus on drilling engineering. *Journal of Petroleum Science and Engineering*.
- 5 Franco, C. A., Franco, C. A., Zabala, R. D., Bahamón, I., Forero, A., & Cortés, F. B. (2021). *Field Applications of Nanotechnology in the Oil and Gas Industry: Recent Advances and Perspectives*. Energy & Fuels.
- 6 Kolahalam, L. A., Kasi Viswanath, I. V., Diwakar, B. S., Govindh, B., Reddy, V., & Murthy, Y. L. N. (2019). Review on nanomaterials: Synthesis and applications. *Materials Today: Proceedings*.
- 7 Flores, W. (2021). Moringa Oleifera Leaf and Flour Characterization. *Ciencia Latina Revista Científica Multidisciplinar*.

- 8 Quineche, U., Salirrosas, S., Paucar, L. M. (2021). Moringa Oleifera: Usos de hojas y semillas en la industria alimentaria. *Agroindustrial Science*.
- 9 Mehwish, H. M., Rajoka, M. S. R., Xiong, Y., Cai, H., Aadil, R. M., Mahmood, Q., ... Zhu, Q. (2021). Green synthesis of a silver nanoparticle using Moringa oleifera seed and its applications for antimicrobial and sun-light mediated photocatalytic water detoxification. *Journal of Environmental Chemical Engineering*
- 10 Prabhu, K., Murugan, K., Nareshkumar, A., Ramasubramanian, N., Bragadeeswaran, S. (2011). Larvicidal and repellent potential of Moringa oleifera against malarial vector, *Anopheles stephensi* Liston (Insecta: Diptera: Culicidae). *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*.
- 11 Kalaiyarasi, C., Poonkothai, M., Abirami, S., Alaguprathana, M., Marraiki, N., & Zaghoul, N. (2022). Zinc oxide nanoparticles fabrication using Moringa oleifera Lam. seed extract—impact on phytotoxic, photocatalytic, and antimicrobial activities. *Appl Nanosci*.
- 12 Ezhilarasi, A. A., Vijaya, J. J., Kaviyarasu, K., Maaza, M., Ayeshamariam, A., & Kennedy, L. J. (2016). Green synthesis of NiO nanoparticles using Moringa oleifera extract and their biomedical applications: Cytotoxicity effect of nanoparticles against HT-29 cancer cells. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*.
- 13 Mehwish, H. M., Rajoka, M. S. R., Xiong, Y., Cai, H., Aadil, R. M., Mahmood, Q., ... Zhu, Q. (2021). Green synthesis of a silver nanoparticle using Moringa oleifera seed and its applications for antimicrobial and sun-light mediated photocatalytic water detoxification. *Journal of Environmental Chemical Engineering*.
- 14 Altaf, S., Zafar, R., Zaman, W., Ahmad, S., Yaqoob, K., Syed, A., Khan, A., Bilal, M., & Arshad, M. (2021). Removal of levofloxacin from aqueous solution by green synthesized magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles using Moringa Oleifera: Kinetics and reaction mechanism analysis, *Ecotoxicology and Environmental Safety*.
- 15 Patidar, V., Jain, P. (2017). Green Synthesis of TiO₂ Nanoparticle Using Moringa Oleifera Leaf Extract. *International Research Journal of Engineering and Technology (IRJET)*.
- 16 Paucar Alvarez, C. G., Villegas Bolaños, P. A., García García, C. P. (2010). Síntesis y Caracterización de α -Alúmina Nanométrica. Laboratorio de Cerámicos y Vitreos, Universidad Nacional de Colombia – Sede Medellín.
- 17 Merck. (20 de junio de 2022). IR Spectrum Table & Chart. <https://www.sigmaaldrich.com/CO/es/technical-documents/technical-article/analytical-chemistry/photometry-and-reflectometry/ir-spectrum-table>.
- 18 San Miguel, M. (2016). Síntesis y Caracterización de nanopartículas Luminiscentes. Universidad de Cantabria.
- 19 Pandurang, V., Khobragade, V., Damodar, S. (2018). Synthesis and Characterization of Aluminium Oxide (Al₂O₃) Nanoparticles and its Application in Azodye Decolourisation. Science Publishing Group.
- 20 Lavalley, J. C., Benaissa, M. (1958). Infrared study of Surface modes on Alumina. *Laboratoire de Spectrochimie*, E. R. A. 824, I. S. M. Ra, Université, 14032 CAEN Cedex (France).
- 21 Changmai, M., Priyesh, J.P., Purkait, M.K. (2017). Al₂O₃ nanoparticles synthesized using various oxidizing agents: Defluoridation performance. *Advanced Materials and Devices*.

Reconocimientos

A la Universidad Nacional de Colombia – Sede Medellín, a Andrea Muñoz del laboratorio de Fenómenos de Superficie y a Maira Hernandez y Sebastián Diaz del grupo de investigación de Fenómenos de Superficie – Michael Polanyi por toda su colaboración prestada y a los Ingenieros – docentes Camilo A. Franco Ariza, Ph.D. y Farid B. Cortés Correa, Ph.D. por su apoyo y enseñanzas necesarias para llevar a cabo el proyecto.