



Obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de la cáscara de café para la elaboración de un biosorbente utilizado en la remoción de cadmio como metal pesado.

Lozada Parra, Alex David

Departamento de Ciencias de Energía y Mecánica

Carrera de Ingeniería en Petroquímica

Trabajo de titulación, previo a la obtención del título de Ingeniera en Petroquímica

Ing. Luna Ortiz, Eduardo David, MSc

17 de agosto del 2020



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

CERTIFICACIÓN

Certifico que el trabajo de titulación, **“Obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de la cáscara de café para la elaboración de un biosorbente utilizado en la remoción de cadmio como metal pesado”** fue realizado por el señor **Lozada Parra, Alex David** el cual ha sido revisado y analizado en su totalidad por la herramienta de verificación de similitud de contenido; por lo tanto cumple con los requisitos legales, teóricos, científicos, técnicos y metodológicos establecidos por la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE, razón por la cual me permito acreditar y autorizar para que lo sustente públicamente.

Latacunga, 17 de agosto de 2020

Luna Ortiz, Eduardo David MSc.

CC.: 180272491-2



URKUND

URKUND

Document Information

Analyzed document	TESIS ALEX LOZADA.docx (D77900192)
Submitted	8/18/2020 3:06:00 PM
Submitted by	Luna Ortiz Eduardo David
Submitter email	edluna@espe.edu.ec
Similarity	7%
Analysis address	edluna.espe@analysis.arkund.com

Sources included in the report

SA	Escrito-Incial-Medrano_Gabriela-2.pdf Document Escrito-Incial-Medrano_Gabriela-2.pdf (D62424067)	 5
SA	Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE / Ruiz Karla_TESIS.pdf Document Ruiz Karla_TESIS.pdf (D45016612) Submitted by: edluna@espe.edu.ec Receiver: edluna.espe@analysis.arkund.com	 21
SA	Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE / Escrito final_Ruiz.docx Document Escrito final_Ruiz.docx (D45017141) Submitted by: edluna@espe.edu.ec Receiver: edluna.espe@analysis.arkund.com	 6
W	URL: https://docplayer.es/146227648-Departamento-de-ciencias-de-la-energia-y-mecanica.html Fetched: 7/16/2020 12:03:40 AM	 3



Luna Ortiz, Eduardo David MSc.

DIRECTOR



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

RESPONSABILIDAD DE AUTORÍA

Yo, **Lozada Parra, Alex David**, con cédula de ciudadanía n° 180445493-0, declaro que el contenido, ideas y criterios de trabajo de titulación: **“Obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de la cáscara de café para la elaboración de un biosorbente utilizado en la remoción de cadmio como metal pesado”** es de mi autoría y responsabilidad cumpliendo con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, y metodológicos establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, respetando los derechos intelectuales de terceros y referenciando las citas bibliográficas.

Latacunga, 17 de agosto de 2020

Lozada Parra, Alex David

C.C.: 1804454930



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

AUTORIZACIÓN DE PUBLICACIÓN

Yo, **Lozada Parra, Alex David**, con cédula de ciudadanía n° 180445493-0, autorizo a la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE publicar el trabajo de titulación: “**Obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de la cáscara de café para la elaboración de un biosorbente utilizado en la remoción de cadmio como metal pesado**” en el Repositorio Institucional, cuyo contenido, ideas y criterios son de mi responsabilidad.

Latacunga, 17 de agosto de 2020

Lozada Parra, Alex David

C.C.: 1804454930

DEDICATORIA

A Dios y a mi madre, Cecilia Parra.

A mi Padre, Mentor Lozada y mi hermano, Jorge Lozada.

A mi familia por el apoyo incondicional.

AGRADECIMIENTOS

A:

Dios, por darme la fuerza para seguir adelante en cada paso de mi vida académica.

Mi madre, por su apoyo incondicional durante toda mi carrera académica, por todo su esfuerzo empleado día a día para poder alcanzar mis metas.

Ing. Guido de la Torre, Ing David Luna por impartirme conocimientos y ser el soporte para el desarrollo de esta investigación.

PhD. Roman Rodríguez, Ing. Caterine Donoso, por su ayuda y disponibilidad en el desarrollo del trabajo de titulación.

Mis tíos, Edgar, Juan, Rocío y amigos en especial Marco Fiallos, por su confianza en que conseguir este propósito era posible.

*¡Así que no temas,
porque yo estoy contigo;
no te angusties,
porque yo soy tu dios.
Te fortaleceré y te ayudaré;
te sostendré con mi diestra
victoriosa!
Isaías 41:10*

ÍNDICE DE CONTENIDOS

CARÁTULA	1
CERTIFICACIÓN	2
RESPONSABILIDAD DE AUTORÍA	4
AUTORIZACIÓN DE PUBLICACIÓN.....	5
DEDICATORIA	6
AGRADECIMIENTOS	7
ÍNDICE DE CONTENIDOS	8
ÍNDICE DE TABLAS	12
ÍNDICE DE FIGURAS	14
LISTA DE SÍMBOLOS Y UNIDADES	16
RESUMEN	17
ABSTRACT	18
 CAPITULO I	
1. INTRODUCCIÓN	
1.1. Antecedentes	19
1.2. Planteamiento del problema	22
1.3. Justificación e importancia	24
1.4. Objetivos	25
1.4.1. Objetivo general	25
1.4.2. Objetivos específicos	25
1.5 Hipótesis	26
1.6 Variables de investigación.....	26

CAPÍTULO II

2. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA Y ESTADO DEL ARTE

2.1.	Portoviejo – Manabí – Ecuador	27
2.2.	Cáscara de café.....	28
2.3.	Tipos de café	30
2.4.	Lignocelulosa	31
2.5.	Celulosa	32
2.6.	Aplicaciones de Celulosa	34
2.7.	Tratamiento físico-químico	35
2.8.	Tratamiento Alcalino-Ácido	36
2.9.	Proceso de blanqueamiento de Celulosa	38
2.9.1.	Parámetros del proceso de blanqueamiento	38
2.10.	Nanocelulosa	39
2.11.	Tipos de Nanocelulosa.....	40
2.12.	Xantato	41
2.13.	Cadmio	41
2.14.	Biosorción	42
2.15.	Biosorbente	42
2.16.	Análisis Químico	43
2.16.1.	Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)	43
2.16.2.	Análisis Termogravimétrico (TGA)	45
2.16.3.	Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	46

CAPÍTULO III

3. METODOLOGÍA

3.1.	Equipos, materiales y reactivos	47
3.2.	Proceso de acondicionamiento de materia prima	49

	10
3.2.1. Recolección de Materia Prima	50
3.2.2. Tratamiento Físico	50
3.2.3. Acondicionamiento de la cáscara de café	51
3.3. Tratamiento Químico	51
3.3.1. Tratamiento alcalino para la obtención de celulosa	51
3.3.2. Blanqueamiento de celulosa	53
3.3.3. Tratamiento ácido para la obtención de nanocelulosa.....	54
3.4. Diseño experimental para la obtención de Nanocelulosa	56
3.5. Análisis Químico	58
3.5.1. Espectroscopía de Infrarrojo con transformada de Fourier	58
3.5.2. Análisis Termogravimétrico (TGA)	59
3.5.3. Análisis de Microscopia electrónica de barrido (SEM).....	60
3.5.4. Espectroscopía de Absorción Atómica (AAS).....	60
3.6. Procedimiento experimental del Biosorbente	61
3.6.1. Obtención del Biosorbente.....	61
3.6.2.Preparación de la solución de Cadmio	61
3.6.3.Aplicación del Biosorbente	62

CAPÍTULO IV

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Identificación de la materia prima	63
4.2. Obtención de nanocelulosa a partir de cáscara de café	64
4.3. Determinaciones de condiciones más adecuadas de relación ácido/celulosa y tiempo de hidrólisis para la obtención de nanocelulosa	68
4.3.1. Tiempo de reacción 15 minutos	70
4.3.2. Tiempo de reacción 30 minutos	70
4.3.3. Tiempo de reacción 45 minutos	71

4.3.4. Tiempo de reacción 60 minutos	72
4.3.5. Rendimiento para cada condición de ensayo	73
4.4. Caracterización por diferentes técnicas de análisis.	75
4.4.1. Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier de materia prima, celulosa y nanocelulosa	75
4.4.2. Análisis termogravimétrico (TGA)	82
4.4.3. Análisis Morfológico	84
4.5. Análisis de parámetros de Biosorción.....	86
4.5.1. Cantidad de biosorbente	86
4.5.2. Tiempo de contacto	88
4.5.3. Efecto del pH en la biosorción	89
4.5.4. Estudio de remoción de cadmio	90
4.5.5. Estudio de Isotermas	90

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones	96
5.2. Recomendaciones.....	98

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANEXOS

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. <i>Porcentaje de cada componente presente en la Lignocelulosa</i>	32
Tabla 2. <i>Porcentaje de celulosa y Lignina en fibras naturales</i>	33
Tabla 3. <i>Aplicación de Celulosa en la Industria</i>	35
Tabla 4. <i>Equipos, materiales y reactivos</i>	47
Tabla 5. <i>Peso de cada muestra de CC previo al tratamiento alcalino</i>	53
Tabla 6. <i>Condiciones de proceso para la obtención de nanocelulosa</i>	56
Tabla 7. <i>Diseño experimental para la obtención de nanocelulosa</i>	57
Tabla 8. <i>Masa de CC antes y después del tratamiento básico</i>	64
Tabla 9. <i>Masa de CC después del tratamiento ácido</i>	65
Tabla 10. <i>Análisis de dispersión de datos para el contenido de lignina</i>	66
Tabla 11. <i>Análisis de dispersión de datos para el contenido de hemicelulosa</i>	66
Tabla 12. <i>Composición lignocelulósica de la cáscara de café</i>	67
Tabla 13. <i>Comparación de componente lignocelulósico con literatura reportada</i>	68
Tabla 14. <i>Diseño experimental de obtención de nanocelulosa</i>	69
Tabla 15. <i>Tiempo de reacción 15 minutos</i>	70
Tabla 16. <i>Tiempo de reacción 30 minutos</i>	70
Tabla 17. <i>Tiempo de reacción 45 minutos</i>	71
Tabla 18. <i>Tiempo de reacción 60 minutos</i>	72
Tabla 19. <i>Resumen de ensayos</i>	73
Tabla 20. <i>ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA)</i>	74
Tabla 21. <i>Comparación de los espectros IR entre materia prima (cáscara de café C), celulosa (CC) y nanocelulosa (NCC)</i>	80
Tabla 22. <i>Comparación de espectro IR celulosa obtenida con celulosa comercial</i>	81

Tabla 23. <i>Medición de la longitud de nanocelulosa</i>	85
Tabla 24. <i>Porcentaje de remoción de Cadmio Cd (II)</i>	90
Tabla 25. <i>Datos de adsorción</i>	90
Tabla 26. <i>Isoterma de Langmuir</i>	94
Tabla 27. <i>Isoterma de Freundlich</i>	94

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. <i>Ubicación Geográfica-Portoviejo-Ecuador</i>	27
Figura 2. <i>Cáscara de café</i>	30
Figura 3. <i>Estructura de celulosa</i>	333
Figura 4. <i>Análisis de Nanocelulosa</i>	39
Figura 5. <i>Mecanismo de absorción de Cadmio</i>	41
Figura 6. <i>Espectro IR en la región de 400-4000 cm⁻¹-Ejemplo</i>	444
Figura 7. <i>Curvas TGA y DTG de tipos de madera – Ejemplo</i>	45
Figura 8. <i>Resultado de Análisis SEM</i>	46
Figura 9. <i>Molienda de Cáscara de Café</i>	50
Figura 10. <i>Secado de Cáscara de Café</i>	51
Figura 11. <i>Tratamiento alcalino a condiciones de reflujo</i>	52
Figura 12. <i>Blanqueamiento de Celulosa a condiciones de reflujo</i>	54
Figura 13. <i>Hidrólisis Ácida de Celulosa</i>	55
Figura 14. <i>Centrifugación de material celulósico</i>	55
Figura 15. <i>Espectroscopio infrarrojo vibracional Perkin Elmer Septum</i>	59
Figura 16. <i>Cáscara de café tipo Arábigo</i>	63
Figura 17. <i>a) Cáscara de Café (CC) b) Celulosa (CCC) c) Nanocelulosa (NCC)</i>	64
Figura 18. <i>Espectro IR de Cáscara de Café</i>	77
Figura 19. <i>Comparación de Espectros IR de CC-CCC-NCC</i>	79
Figura 20. <i>Comparación de espectro IR celulosa obtenida vs celulosa comercial</i>	81
Figura 21. <i>Termograma de celulosa de cáscara de café, nanocelulosa y biosorbente</i>	82
Figura 22. <i>Imágenes SEM a) 15 minutos b) 30 minutos c) 45 minutos d) 60 minutos</i>	84

Figura 23. <i>Imágenes FMA a) representación de fibra 2D b) representación de fibra 3D</i>	
<i>c) determinación de diámetro</i>	85
Figura 24. <i>Biosorbente en forma de pellets</i>	86
Figura 25. <i>Análisis de cantidad de Biosorbente (XNCC)</i>	87
Figura 26. <i>Análisis de tiempo de contacto</i>	88
Figura 27. <i>Análisis de pH</i>	89
Figura 28. <i>Isoterma de Langmuir Linealizada</i>	92
Figura 29. <i>Estudio de Isotermas</i>	95

LISTA DE SÍMBOLOS Y UNIDADES

CC= Celulosa a partir de la cáscara de café.

NCC= Nanocelulosa a partir de la cáscara de café.

XNCC= Biosorbente Xantado de nanocelulosa a partir de la cáscara de café.

g= Gramos

mL= Mililitros.

W/W= Relación másica.

°C= Grados centígrados.

b=Constante de adsorción.

Co= Concentración inicial

Ce=Concentración en el equilibrio.

qe= Capacidad de biosorción.

Qo=Capacidad máxima de retención del metal.

k=Constante de adsorción

n=Constante de empírica.

RESUMEN

En la presente investigación se obtuvo nanocelulosa a partir de la cáscara de café tipo arábigo (*Coffea arabica*) mediante tratamientos de lixiviación básico-ácido y se determinaron las mejores condiciones para la preparación de un biosorbente a base de nanocelulosa, capaz de adsorber cadmio Cd (II) en un porcentaje considerable. Las variables del proceso fueron el tiempo de tratamiento ácido y la relación ácido/celulosa, las mismas que se estudiaron mediante un diseño factorial 4x3 dando como las condiciones más óptimas a un tiempo de 45 minutos y una relación ácido/celulosa de 10 mL/g. Para el análisis cualitativo de las diferentes muestras se utilizó las siguientes técnicas de análisis: Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR), Análisis Termogravimétrico (TGA) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), mientras que para un análisis cuantitativo de nanocelulosa se utilizó la técnica de Microscopía de Fuerza Atómica (FMA) mostrando fibras de nanocelulosa con una longitud de 152.92 nm y 25.21 nm de diámetro. Los resultados de la solución contaminada de cadmio Cd (II) que fue sometida al tratamiento con el biosorbente fueron analizados mediante espectroscopía de absorción atómica (AAS), dando como efectividad un 94.6 % de adsorción de cadmio Cd (II) por parte del biosorbente, obteniendo de esta manera resultados óptimos a los esperados.

PALABRAS CLAVE

- **NANOCELULOSA**
- **LIXIVIACIÓN BÁSICO-ÁCIDO**
- **BIOSORBENTE**

ABSTRACT

In the present investigation, nanocellulose was obtained from the arabic type coffee husk by means of basic-acid leaching treatments and the best conditions for the preparation of a nanocellulose-based biosorbent capable of adsorbing cadmium Cd (II) in a considerable percentage. The variables of the process were the acid treatment time and the acid / cellulose ratio, the same ones that were studied by means of a 4x3 factorial design giving as the most optimal conditions a time of 45 minutes and an acid / cellulose ratio of 10 mL /g. For the qualitative analysis of the different samples, the following analysis techniques were used: Infrared Spectroscopy with Fourier Transform (FTIR), Thermogravimetric Analysis (TGA) and Scanning Electron Microscopy (SEM), while for a quantitative analysis of nanocellulose, used the Atomic Force Microscopy (FMA) technique showing nanocellulose fibers with a length of 152.92 nm and 25.21 nm in diameter. The results of the contaminated cadmium Cd (II) solution that was subjected to the biosorbent treatment were analyzed by means of atomic absorption spectroscopy (AAS), giving as effective a 94.6% adsorption of cadmium Cd (II) by the biosorbent, thus obtaining optimal results to those expected.

KEY WORDS

- **NANOCELLULOSE**
- **ACID-BASE LEACHING**
- **BIOSORBENTE**

CAPITULO I

1. INTRODUCCIÓN

1.1. Antecedentes

La Celulosa se muestra como un polisacárido natural abundante se compone de una cadena lineal de cientos de unidades de glucosa, se muestra amigable al medio ambiente siendo un recurso natural renovable presente esencialmente en la pared celular vegetal, madera, cebada entre otros (Zhang et al., 2019). Además se presenta como un biopolímero poli disperso en el cual cada cadena de celulosa está ligada a otra mediante enlaces de hidrógeno que le aportan a la rigidez del material.(Franco, Yépes, & Sánchez, 2009). Debido a la existencia de estos enlaces entre las cadenas, se forman fibrillas que presentan regiones con estructuras cristalinas muy estables y altamente ordenadas denominadas nanocelulosa o zonas cristalinas también existen regiones desordenadas con una orientación menor denominadas zonas amorfas (Herrera Terán, 2018).

Existe exigüidad de estudios realizados de material celulósico a base de la cáscara de café a pesar de presentar una alta capacidad como agente de refuerzo para diferentes aplicaciones.(Collazo-Bigliardi, Ortega-Toro, & Chiralt Boix, 2018). A nivel mundial el café se muestra como uno de los productos más deseados y el Ecuador cuenta con la fortuna de tener al café como uno de los cultivos que se ha destacado en las exportaciones agrícolas (Calero, 2013).

El Café se ha convertido en uno de los productos más apreciados no solo a nivel nacional sino a nivel mundial por lo que su producción aumentado significativamente en los últimos años en países como Brasil, Colombia y Ecuador. El así que el consumo a nivel mundial de café es muy elevado un ejemplo claro se muestra en Estados Unidos mediante un estudio se determinó que en mencionado país se consume alrededor de 400 millones de tazas de café por día, de esta manera se le considera al café como el producto con mayor índice de consumo en países desarrollados, principalmente en Estados Unidos y Europa.(Canché-Escamilla, los Santos-Hernández, Andrade-Canto, & Gómez-Cruz, 2005).

Canché y colaboradores (2005) realizaron un estudio en el cual se muestra que el café en el Ecuador se ha constituido en un producto muy representativo en las exportaciones agrícolas dando origen al desarrollo de importantes actividades económicas como el comercio y la industria. En el Ecuador se cultivan distintos tipos de café como son el arábigo (*Coffea arabica*) y robusta, el 55% de la producción de café en el Ecuador es del tipo arábigo (*Coffea arabica*) considerado de mayor calidad y se centraliza principalmente en la provincia de Manabí mientras que la producción de café tipo robusta se desarrolla principalmente en la Amazonía.

Debido a que en la provincia de Manabí se concentra la mayor producción de café tipo arábigo (*Coffea arabica*) se ha buscado una empresa cafetera capaz de proporcionar como desecho la cáscara de café, BELCET es la empresa cafetera proveedora de cascara de café para desarrollar este estudio con el fin de obtener el material celulósico de la cáscara de café puesto que en el proceso del café aproximadamente se consume únicamente el 5 % de la biomasa generada en la fabricación de la bebida, el resto se encuentra en forma de residuo que puede

ser aprovechado mediante procesos físico-químicos debido a que mediante estudios realizados se ha determinado que en la cascara de café existe un importante porcentaje de celulosa del 57 % (Rodríguez & Zambrano, 2013).

Nanocelulosa es un nanomaterial natural que puede extraerse de la pared celular vegetal con un tamaño característico de nanómetros de diámetro, este material a la vez muestra atractivas propiedades como alta resistencia, excelente rigidez y una alta área de superficie. La biomasa lignocelulósica comprende varias materias orgánicas naturales que en su mayoría se refieren a las plantas, mostrando la mayor cantidad de material de carbono sostenible como la alimentación adecuada para la producción de biocombustibles y fuente de sustitución de polímeros derivados del petróleo, debido a sus propiedades favorables al medio ambiente en circulación (Phanthong et al., 2018).

Börjesson y Westman (2015) realizaron el estudio para la obtención de nanocelulosa mediante una hidrólisis ácida con Ácido Sulfúrico H_2SO_4 en el cual se determinaron varias consideraciones del proceso como el tipo de ácido, la concentración mas favorable del ácido, el tiempo y temperatura a la cual se efectúa la reacción, por medio de dicho estudio realizado se considera favorable la utilización de Ácido Sulfúrico H_2SO_4 debido a que se obtienen suspensiones coloidales altamente estables que facilitan la posterior purificación. Herrera (2018) se fundamentó en la teoría de Börjesson y Westman (2015) para la obtención de nanocelulosa a partir de celulosa de puntas de Abacá.

Pillai (2013) presentó un estudio en el cual muestra la capacidad de biosorción de la nananocelulosa xantada de banano (XNBC) para metales pesados como el Cadmio (Cd). Un biosorbente que se realizó presenta gran afinidad por los metales pesados puesto que contienen grupos azucarados los mismos que pueden considerarse como un grupo ligando blando que tiene una fuerte afinidad por el cadmio.

En este estudio se evaluaron varias consideraciones como el pH, tiempo de aplicación del biosorbente y la concentración inicial de cadmio (Cd), además los parámetros termodinámicos también se evaluaron a partir de las mediciones de biosorción (Pillai et al., 2013).

Los Xantatos son sales y ésteres de ácido Xántico generalmente solubles en agua, estos a la vez se ha demostrado que los xantatos de almidón solubles en agua en combinación con polímeros cationicos forman complejos de polielectrolitos que eliminan eficazmente los metales pesados, en el estudio que se realiza se determina como el polímero catiónico a la nanocelulosa que se somete a una mezcla con xantato para que se obtenga un biosorbente muy selectivo a las mejores condiciones del proceso en la remoción de Cadmio (Cd) como metal pesado (Wing, Doane, & Russell, 1975).

1.2. Planteamiento del problema

La contaminación ambiental debido a la gran cantidad de aguas residuales que contienen metales pesados acumuladas a nivel mundial aumentando sustancialmente en los últimos años siendo este uno de los problemas ambientales más relevante debido a su

toxicidad, estudios muestran a la biosorción como una tecnología alternativa para la remoción de metales pesados por medio de la elaboración de biosorbentes a partir de biopolímeros obtenidos de fuentes de carbono renovables, lo que expondría una solución mucho más completa para los diferentes aspectos de este problema (De Almeida, Ruiz, López, & Pettinari, 2004).

En Ecuador estudios realizados manifiestan que existen diversas fuentes de contaminación de cadmio como erupciones volcánicas, de forma natural, mineralización del material donde resalta la explotación de minas, es así que el análisis de la concentración de cadmio realizado por el Instituto Nacional Autónomo de Investigaciones Agropecuarias (INIAP) arroja que la mayor concentración de cadmio como contaminante en el agua se presenta en la provincia El Oro seguida por Azuay (Mite, Carrillo, & Durango, 2010). Revelando de esta manera una problemática significativa por la toxicidad que presenta dicho contaminante, debido a esto se desea desarrollar medidas de prevención y remediación de cadmio mediante la aplicación de biosorbentes a partir de un biopolímeros como la celulosa presente en la cáscara de café.

La producción de café en el Ecuador en los últimos años presenta un crecimiento paulatino, siendo así que para el año 2003 la producción fue de 23.324 hectáreas métricas y para el 2010 la producción fue alrededor de 35000 hectáreas métricas mostrando un crecimiento promedio de producción de café de 7.63%, esta misma tendencia presenta las exportaciones de café y derivados de café en el Ecuador, debido a la gran cantidad de producción existente de café y gran porción de desechos que se presentan de este producto como es su cáscara se desea buscar una tendencia ecológica a este desecho (Calero, 2013).

El material celulósico a base de la cáscara de café no ha sido estudiado con anterioridad a pesar de ser una fuente potencial de agentes de refuerzo para distintas aplicaciones. El café es uno de los productos más deseados a nivel mundial y el Ecuador cuenta con la fortuna de tener al café como uno de los cultivos que se ha destacado en las exportaciones agrícolas. Por lo tanto, es pertinente realizar el estudio necesario de biosorción a base de este material celulósico que optimice el consumo de este abundante recurso, con el fin de reducir el impacto ambiental por la descarga de contaminantes como metales pesados.

1.3. Justificación e Importancia

Elementos considerados pesados como el Cadmio (Cd), Plomo (Pb), Cobre (Cu) entre otros cuando se muestran en cantidades elevadas son calificados como elementos altamente tóxicos que al interactuar con el medio tienen preferencia de acumulación en ciertos órganos de los seres vivos ocasionando problemas graves en la salud (Mite et al., 2010). Debido a esto se ve en la necesidad de dar un tratamiento adecuado a dichos elementos para mantenerlos en una concentración mínima y aceptable al medio.

La considerable acumulación de impactos negativos que se presentan en la actualidad por parte de metales pesados contenidos en aguas residuales o de riego al medio ambiente ha contribuido a la estimulación del desarrollo de biosorbentes a partir de materia prima orgánica (Siracusa et al., 2008). La celulosa como materia prima es la primordial fuente para la elaboración de un biosorbente debido a su atractivas propiedades y una alta área de superficie (Phanthong et al., 2018).

La aplicación de esta nueva tendencia ecológica a la cáscara de café (Coffea) como una fuente de carbono renovable es de gran importancia para la obtención de un nanomaterial natural como es la nanocelulosa y un polisacárido natural (celulosa) a partir de la pared celular de la cáscara de café (Coffea) debido a la utilización de la gran cantidad de este desecho presente en el Ecuador por parte de varias Industrias para obtener un biosorbente con valor agregado (Phanthong et al., 2018).

1.4. Objetivos

1.4.1. Objetivo General

- Obtener y caracterizar la Nanocelulosa a partir de la cáscara de Café (Coffea) para elaborar un biosorbente utilizado en la remoción de cadmio como metal pesado.

1.4.2. Objetivos Específicos

- Caracterizar la composición de celulosa obtenida a partir de la cáscara de café (Coffea) mediante análisis por espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR).
- Determinar el método más adecuado de lavado y las condiciones más favorables de relación ácido/celulosa y tiempo de hidrólisis en el proceso de obtención de nanocelulosa.
- Caracterizar y cuantificar la longitud de fibras de nanocelulosa mediante análisis de microscopía óptica de barrido (SEM).
- Determinar la temperatura de descomposición térmica de celulosa, nanocelulosa y biosorbente mediante análisis termo gravimétrico (TGA).

- Evaluar las características del biosorbente obtenido mediante diferentes análisis de espectroscopía de absorción atómica de Cadmio (Cd) a las mejores condiciones determinadas.

1.5. Hipótesis

¿Se podrá obtener un porcentaje considerable de nanocelulosa de la cascara de Café (Coffea) para poder elaborar un biosorbente capaz de atrapar el cadmio como metal pesado?

1.6. Variables de Investigación

1.6.1. Variables Independientes

Tiempo de reacción, relación ácido/celulosa.

1.6.2. Variables Dependientes

Rendimiento de nanocelulosa.

en un sector de suma importancia para la economía del país (Vasquez García & Mera Vargas, 2015).

El sector rural de Portoviejo llamado El Rodeo de Portoviejo, en dicha zona rural se ha cultivado café (*Coffea*) por cientos de años que ha sido aprovechado por la empresa BELCET S.A para su procesamiento y su posterior exportación, dicha empresa se encuentra ubicada en la vía Portoviejo Rodeo Km 5, fundada en el año 2000, dedicada a adquirir a los pequeños, medianos y grandes productores de café, por esta razón la producción de café es elevada siendo exportadores de café a EEUU, Colombia, Alemania y Japón, de mencionada producción se obtiene la cáscara de café como desecho del proceso que mediante estudios realizados se ha determinado que este desecho puede ser reutilizado como fuente energía renovable debido a las propiedades que contiene, es por ello que la cascara de café resultante en el proceso de la empresa BELCET ha sido tomado en cuenta como materia prima para el desarrollo de este estudio, intentado de esta manera solucionar varios problemas ambientales, además de poder obtener productos de valor agregado a base de este desecho biodegradable.

2.2. Cáscara de café (*Coffea*)

El consumo del café a nivel mundial aumentado significativamente es por ello que conforme a crecido también su producción, en Ecuador el café ha sido uno de los productos que más notorio se ha mostrado en la exportaciones agrícolas que conjuntamente con otros productos como el banano y el cacao han constituido fuente de empleo y sustento de la economía ecuatoriana.

El proceso de transformación del café cultivado o café cereza en café pergamino como producto final se denomina beneficio del café, existen dos métodos para realizar dicho proceso llamados beneficio, vía húmeda y vía seca. El método de beneficio que se aplica depende del tipo de café, regularmente para cultivos de café tipo arábigo (*Coffea arabica*) se procesa por beneficio vía húmeda y para el tipo de café tipo robusta se procesa por beneficio vía seca aunque pueden existir algunas excepciones de café robusta que se procesa por vía húmeda esto se debe a que se desea aprovechar exclusivamente el aroma, amargo y el cuerpo del café cereza (Puerta, 1999).

Puerta (1999) menciona que el proceso de obtención de café por vía húmeda permite obtener un producto de mejor calidad debido a que se realizan etapas diferentes, en el proceso vía húmeda comprendes las siguientes etapas: recolección, despulpado, remoción del mucílago, lavado y secado hasta obtener el café pergamino seco como producto final, mientras que las etapas por vía seca comprenden: el secado del grano, se somete a una maquinaria para retirar la cáscara el mucílago y el pergamino que finalmente se obtiene un grano de café color verde mientras que vía seca se obtiene un grano de café color amarillento, el proceso vía seca se muestra desfavorable al proceso vía húmeda debido a que se requiere mayor cantidad de tiempo para secar el café cereza y no se aprovecha en su totalidad las cualidades del café.

Figura 2.

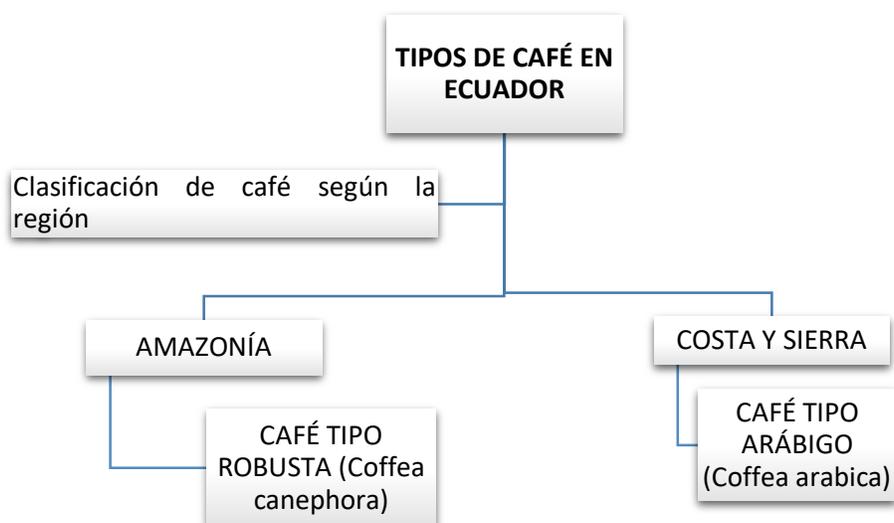
Cáscara de café



Nota. El gráfico representa ubicación geográfica de la provincia de Portoviejo. Tomado de (Rodríguez & Zambrano, 2013)

2.3. Tipos de café

En el Ecuador se cultivan distintos tipos de café que se han denominado café, arábigo (*Coffea arabica*) y robusta (*Coffea canephora*) alrededor del 55 % de la superficie total de la producción de café en el Ecuador es de tipo arábigo (*Coffea arabica*) debido a que se lo considera de mejor calidad y es más codiciado por el consumidor, la producción de este tipo se concentra principalmente en la provincia de Manabí, seguida por la provincia de Loja y un pequeña cantidad en las estribaciones de la Cordillera Occidental de los Andes. Por otra parte el cultivo de café tipo robusta se centraliza en la Amazonía Ecuatoriana específicamente en la provincia de Orellana y Sucumbíos, mostrando de esta manera la gran capacidad productiva del país siendo uno de los pocos en el mundo en exportar variedades de café (Canché-Escamilla et al., 2005).



2.4. Lignocelulosa

El material lignocelulósico es el componente principal de la biomasa producida por la fotosíntesis, que a su vez es muy atractivo debido a su bajo costo y gran disponibilidad en el medio sin embargo existe una gran dificultad para su obtención como alternativa a energías renovables debido a que no se ha desarrollado tecnologías de bajo costo aunque se experimentado métodos fisicoquímicos que permiten aprovechar esta biomasa en la producción de biocombustibles.(Cuervo, Folch, & Quiroz, 2009).

La lignocelulosa constituida por los tejidos de los vegetales está presente en la pared celular de las plantas, sus componentes principales son la celulosa, hemicelulosa, lignina y pequeños componentes minoritarios que se presentan en fracciones orgánicas con diferentes composiciones como se puede ver en la Tabla 1, la composición y porcentajes de dichos componentes depende del tipo de planta, edad y la etapa de crecimiento.(Morales Silvia, 2015)

Tabla 1.

Porcentaje de cada componente presente en la Lignocelulosa

Componente	Porcentaje %
Celulosa	20-50
Hemicelulosa	15-35
Lignina	10-30
Proteínas	3-10
Lípidos	1.5
Azúcares solubles	10.5

Nota. Recuperado de (Morales Silvia, 2015)

2.5. Celulosa

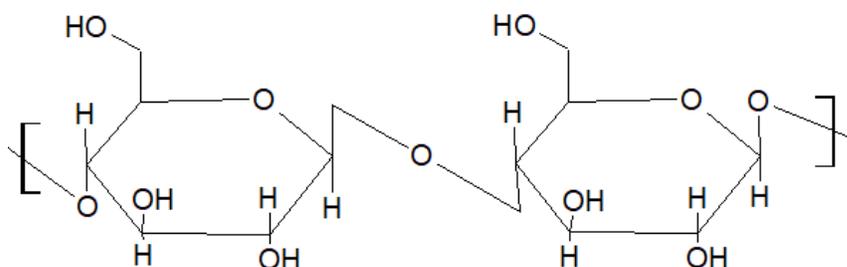
La celulosa es considerada la molécula natural de mayor abundancia, anualmente se producen millones de toneladas a partir de fuentes de origen vegetal. Este polímero es el primordial componente estructural de la pared celular de las plantas. En la actualidad, la celulosa puede obtenerse de diversas fuentes como son: de origen vegetal, de organismos de diferentes reinos, vía síntesis enzimática *in vitro* y por medio de síntesis química a partir de derivados de glucosa bencilados (Chávez, Martínez, Contreras, & Escamilla, 2004).

Esta molécula fue descubierta en 1838 por el químico Anselme Payen, quien pudo aislarla por primera vez de la materia vegetal y con ello se pudo determinar su fórmula. En las plantas, la celulosa representa el 33 % de la masa total, además de la celulosa, las plantas presentan otras sustancias como lignina, hemicelulosa, pectinas y ceras, todas estas

propiedades caracterizan a la celulosa como un homopolímero de alto peso molecular (Herrera Terán, 2018).

Figura 3.

Estructura de celulosa



Nota. El grafico representa la estructura química de la celulosa

Debido al alto porcentaje de celulosa presente en las plantas convierte al régimen vegetal como principal fuente de obtención de la celulosa, las principales fuentes de biomasa residual son la cascarilla de arroz, cáscara de café, residuos de la caña de azúcar, residuos de maíz, residuos de banano y residuos de piña, tal porcentaje de esta molécula se muestra en la Tabla 2.

Tabla 2.

Porcentaje de celulosa y Lignina en fibras naturales

Tipo de Biomasa	% wt Celulosa	% wt Lignina
Fibras de Coco	43	45
Residuos de Maíz	33	14
Mazorcas de Maíz	70	20
Tallo de algodón	65	18
Fibras de Lino	60-81	2-3

Fibras de cáñamo	70-78	3.7-5
Piña	79-83	3-4
Pino	60	30
Cáscara de arroz	55	35
Cáscara de café	50	30
Fibras de sisal	43-88	4-12
Bagazo de caña de azúcar	40	20
Paja de Trigo	30	15
Madera	40-60	10-35

Nota. Recuperado de (Herrera Terán, 2018)

2.6. Aplicaciones de Celulosa

Debido a su alto grado de pureza e inusuales propiedades fisicoquímicas la celulosa muestra una gran variedad aplicaciones en diferentes campos.

- La membrana de celulosa presenta una alta capacidad sónica, es así que esta destreza fue aprovechada por la empresa SONY Corp (Pacheco, Yee, Zentella, & Marvan, 2019).
- En la elaboración de papel ya que presenta una mayor durabilidad y flexibilidad siendo ideal para la fabricación de papel moneda o como materia prima para la producción de libros (Pacheco et al., 2019).
- Una de las más reciente y novedosa aplicación de la celulosa se ha efectuado en el campo de la medicina, debido a la alta fuerza mecánica de la película de celulosa en estado hidratado, su permeabilidad a gases y líquidos y la escasa irritación dérmica que provoca su contacto ha llevado a denominarle como un sustituto de piel en terapia de quemaduras (Ferrer Marcelo et al., 2011).

- En la actualidad existen mayor cantidad de campos industriales donde se puede desarrollar distintas aplicaciones de celulosa que se detalla en la tabla 3.

Tabla 3.*Aplicación de Celulosa en la Industria*

Industria	Aplicación
Cosmética	Estabilización de acondicionadores, emulsiones, cremas.
Textil	Material de alta absorción acuosa
Refinería	Material para absorción de toxinas y aceites
Papel	Restauración de documentos, papel de alta calidad
Alimentos	Aditivo de alimentos, fibra dietética.
Maquiladora	Componente de partes y refracciones.
Turística	Equipo de campar y ropa deportiva.
Investigación	Inmovilización de proteínas y células, resinas para cromatografía.
Tecnología	Diafragmas de alta sensibilidad en micrófonos y audífonos.
Medicina	Fabricación de piel artificial en terapia de quemaduras.

Nota. Recuperado de (Pacheco et al., 2019)

2.7. Tratamiento físico-químico

La biomasa Lignocelulósica que comprende a la celulosa, lignina, hemicelulosa y otros componentes minoritarios como pectinas se puede separar por métodos fisicoquímicos. El tamaño de la partícula que se somete al tratamiento físico es muy importante debido a que mientras menor sea el tamaño de la partícula mayor será el área de contacto con los reactantes, alcanzando de esta manera una mayor eficiencia de reacción, por este motivo es necesario destinar la materia prima a una tratamiento físico como un proceso de molienda o trituración consiguiendo de esta manera el tamaño adecuado de partícula para el posterior proceso.

Por otra parte, con un tamaño deseado de partícula la biomasa se somete a un proceso químico ácido-base para la separación del componente deseado celulosa de la lignina y hemicelulosa.

2.8. Tratamiento Alcalino-Ácido

- **Hidrólisis Básica**

La lignina está presente en todas las plantas vasculares, al igual que los otros componentes de la biomasa lignocelulósica representando la menor fracción en la biomasa dando como resultado redes de lignina-hidratos de carbono, contiene una estructura muy compleja que no está definida como otros polímeros naturales como la celulosa y proteínas. La lignina presenta distintas características, se muestra como un polímero vegetal construido a base de unidades de fenilpropanoides, presenta mayor cantidades de los grupos metoxilo, se muestra resistente al tratamiento ácido, fácilmente oxidable y soluble en tratamiento álcali caliente (Chávez-Sifontes & Domine, 2013).

Una de las principales características de la lignina es que se muestra como un compuesto hidrófobo es decir insoluble en agua, por tal motivo se busca un método químico en el cual se pueda introducir en su estructura grupos sustituyentes polares, siendo capaces de estabilizar las disoluciones de la lignina. Los principales grupos funcionales que afectan a la reactividad de la lignina son: alcohol bencílico, éter bencílico, metoxi, hidroxilo, y carbonilos. Para ello se ha desarrollado dos tipos de métodos: oxidativo e hidrolítico que degradan la lignina y la liberan de los hidratos de carbono (Ysambertt et al., 2009).

- **Hidrólisis Ácida**

La hidrólisis ácida se lleva a cabo comúnmente con el uso de ácidos como ácido acético (CH_3COOH), ácido sulfúrico (H_2SO_4), ácido nítrico (HNO_3), ácido clorhídrico (HCl) debido a que dichos ácidos liberan protones que rompen los enlaces entre los monómeros de las cadenas poliméricas formadas por la hemicelulosa y celulosa. Las condiciones de reacción de la hidrólisis son complejas debido a que se requiere temperaturas por encima de $100\text{ }^\circ\text{C}$ y tiempos prolongados de reacción, sin embargo debido a que los enlaces de la hemicelulosa son más débiles que los de la celulosa la hidrólisis ácida se puede ejecutar en condiciones menos drásticas y los componentes de la hemicelulosa quedaran solubilizados (Aguilar, Ramirez, Garrote, & Vázquez, 2002).

Inmerso en el método químico, la hidrólisis ácida es el método de mayor aplicación empleado en la obtención de nanocristales de celulosa. Fundamentalmente, la hidrólisis ácida implica la digestión de la celulosa con ácido. En primera instancia en este proceso el ácido se difunde en las zonas amorfas de las fibras de celulosa e hidrolizan los enlaces glucosídicos por medio de la protonación del oxígeno del enlace glucosídico o del oxígeno cíclico por protones provenientes del ácido. Posteriormente se hidrolizan los grupos finales reductores como también las superficies de los cristales obteniendo de esta manera fragmentos de cadena más reducidos los mismos que corresponden a los cristales de celulosa (Börjesson & Westman, 2015).

En este proceso se han utilizado distintos ácidos mencionados anteriormente. Sin embargo la utilización del ácido sulfúrico H_2SO_4 como agente hidrolizante ha sido notable debido a que el mismo posibilita la obtención de suspensiones coloidales altamente estables presentando un buen rendimiento, aquello facilita la etapa de purificación (Herrera Terán, 2018).

2.9. Proceso de blanqueamiento de Celulosa

El proceso de blanqueamiento se realiza para la celulosa obtenida de materia prima muy pigmentada como es el caso del café o del arroz, en la cual se desea dar una coloración blanquecina a la celulosa obtenida similar a la celulosa comercial.

Este proceso se lleva a cabo con clorito de sodio ($NaClO_2$) como agente blanqueador, agua y una solución buffer de ácido acético (CH_3COOH) y acetato de sodio (CH_3COONa) a pH igual a 5, la solución buffer actúa como una solución reguladora del potencial hidrógeno (pH) debido a la presencia altamente básica por parte del clorito de sodio ($NaClO_2$), todos estos tres componentes se mezclan en partes iguales y se efectúa el proceso a condiciones de temperatura y presión favorables.

2.9.1. Parámetros del proceso de blanqueamiento

Solución Buffer: Soluciones amortiguadoras o también conocidas como soluciones buffer o solución tampón, son soluciones capaces de mantener el potencial hidrógeno (pH) constante de una solución aun cuando se agregue cantidades pequeñas de ácido o base, o se diluya la solución (González et al., 2015).

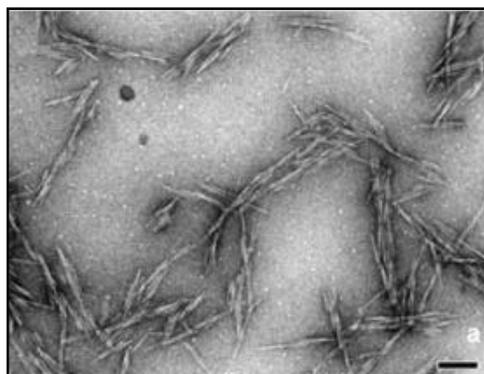
Potencial Hidrógeno: Se define como la medida de actividad del ion hidrógeno en una solución, que a la vez se determina con el logaritmo del inverso de la concentración de iones hidrógeno $[H^+]$ (Ritter, 2010).

2.10. Nanocelulosa

Una gran cantidad de subproductos agrícolas se utilizan para aislar fibrillas de celulosa. Hasta el momento, la motivación para investigar los desechos más comunes localmente ha aumentado el interés en la producción de nanocelulosa, utilizando subproductos de cereales tales como cascarillas de trigo, soya, arroz así como demás residuos de cultivos como el bagazo de yuca, bagazo de yuca, bagazo de caña, cáscara de café, hojas de piña (Payán, 2016).

Figura 4.

Análisis de Nanocelulosa



Nota. Tomado de (Maurat, 2014)

El término nanomateriales comprende todo aquel material desarrollado con al menos una dimensión en la escala nanométrica. Dichos materiales que se encuentran en el rango nanométrico muestran un comportamiento diferente al compararlo con sistemas en el rango micrométrico. Por lo tanto, en los nanomateriales se incluyen agregados atómicos y partículas de hasta 100 nm de diámetro, sin embargo, la nanocelulosa va de 10 a 1000 nanómetros, y el

ancho de 3 a 50 nanómetros, cuyas dimensiones varían según la fuente de donde se obtenga la celulosa. En los últimos años se muestra un alto interés por la extracción de los elementos de dimensiones nanométricas que componen la celulosa debido a su alta reactividad y llamativas propiedades mecánicas (Payán, 2016).

2.11. Tipos de Nanocelulosa

La Nanocelulosa se puede dividir en tres diferentes tipos, (1) nanocristales de celulosa (NCC), (2) nanofibrillas de celulosa (NFC), y (3) nanocelulosa bacteriana (NB).

- **Nanocristales de celulosa (NCC)**

Los nanocristales de celulosas son denominados nanopartículas cristalinas que presentan una forma de barras alargadas, similares a un grano de arroz, se obtienen mediante el proceso de dilución de las regiones amorfas de la celulosa por medio de hidrólisis ácida. Las propiedades de nanocristales de celulosa depende tanto del origen de la celulosa como de las condiciones que se realice la hidrólisis como: tiempo de reacción, temperatura, y concentración del ácido (Herrera Terán, 2018).

- **Nanofibrillas de celulosa (NFC)**

Las nanofibrillas de celulosa presentan partes cristalinas y amorfas, su forma es similar a un tallarín. Al igual que los nanocristales de celulosa sus propiedades dependen de la fuente de celulosa y proceso de obtención, dichos métodos empleados son tratamientos mecánicos como: crimolienda, homogenización a alta presión y electrospinning (Guerrero, 2018).

- **Nanocelulosa bacteriana (NB).**

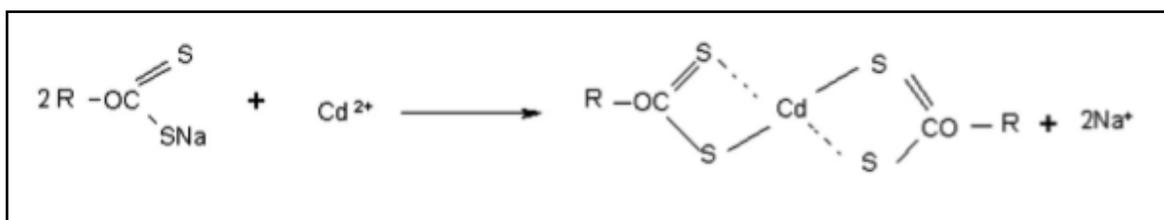
La nanocelulosa bacteriana se obtiene mediante un proceso denominado biosíntesis, en el cual las cadenas de glucosa se produce dentro del cuerpo de las bacterias y son expulsadas mediante pequeños poros presentes en la superficie, a partir de estas cadenas se construyen fibrillas semejantes a la NFC (Herrera Terán, 2018).

2.12. Xantato

Los Xantatos son sales y esteres del ácido xántico que son muy solubles en agua, se muestran como los colectores más usados en la flotación de minerales y óxidos, debido a que es un tipo de colector que presenta un catión sodio el cual va a ser remplazado por el metal absorbido, la parte polar contiene azufre y la parte apolar contiene carbono. Estudios realizados han demostrado que los xantatos solubles en agua en combinación con polímeros cationnicos (nanocelulosa) forman complejos poli electrolitos que eliminan efectivamente metales pesados de aguas contaminadas (Mora Abril, Baltar, Pinos Velez, & Benachour, 2018).

Figura 5.

Mecanismo de absorción de Cadmio



Nota. Tomado de (Pillai et al., 2013)

2.13. Cadmio

El cadmio (Cd) se define como un metal pesado que se deriva del procesamiento de otros metales pesados como el cobre (Cu) y el zinc (Zn), presenta diferentes campos de

contaminación de donde puede provenir como son la minería, quema de combustibles fósiles, fabricación de cemento, de fertilizantes fosfatados, pintura, plásticos, cerámica, entre otros.

Todas estas fuentes de contaminación son consideradas como principales fuentes de emisión de cadmio a la atmosfera y contaminación de lugares acuíferos y suelos, siendo esta una problemática debido a que este metal pesado puede fijarse en tierras de cultivos o logra combinarse con otros elementos formando compuestos como óxidos, sulfuros, y cloruros, que consiguen fijarse fuertemente a las partículas del suelo (Pan, Plant, Voulvoulis, Oates, & Ihlenfeld, 2010)

2.14. Biosorción

Se denomina como el proceso fisicoquímico que incluye tanto el fenómeno de adsorción como el de absorción de moléculas e iones. Este proceso se efectúa mayoritariamente en la captación de metales que lleva a cabo una biomasa viva o muerta mediante un mecanismo de adsorción o intercambio iónico. Están involucradas dos fases, una fase sólida que es el biosorbente y una fase líquida que es un solvente principalmente agua que contiene especies disueltas que serán sorbidas. El proceso de biosorción ocurre cuando los cationes de los metales se unen por interacciones electrostáticas a los sitios aniónicos que se localizan en los biosorbentes (Cañizares-Villanueva, 2000).

2.15. Biosorbente

Los biosorbentes son considerados como cualquier tipo de material natural que tiene afinidad por contaminantes orgánicos e inorgánicos, es decir que existe un enorme potencial de biosorción e innumerables tipos de biomateriales. (Miranda, Cárdenas, López, & Lara-Sagahon, 2003).

Presentan una amplia aplicación debido a su bajo costo para capturar contaminantes gracias a su abundante composición de polisacáridos, lípidos y proteínas que presentan un gran número de grupos funcionales en su pared celular capaz de enlazar metales pesados en la superficie (Ghimire, Inoue, Yamaguchi, Makino, & Miyajima, 2003)

2.16. Análisis Químico

El estudio del análisis químico engloba dos áreas muy importantes, cuantificar y cualificar la muestra. Para la validación de resultados de esta investigación se utilizaron métodos cualitativos y cuantitativos que permiten reconocer la naturaleza e identidad de la muestra. Estos métodos son: Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), Análisis termogravimétrico (TGA) y Microscopía electrónica de barrido (SEM).

2.16.1. Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)

Es una técnica de análisis cualitativa mediante la determinación de grupos funcionales presenten en la muestra. Esta técnica se fundamenta en la absorción o emisión de energía que generan las moléculas a determinada longitud de onda, esta acción es provocada por la interacción entre el analito y la radiación electromagnética en la región del infrarrojo (Haris & Chapman, 1995).

En el análisis de la muestra el infrarrojo presenta diferentes rangos de regiones consideradas como:

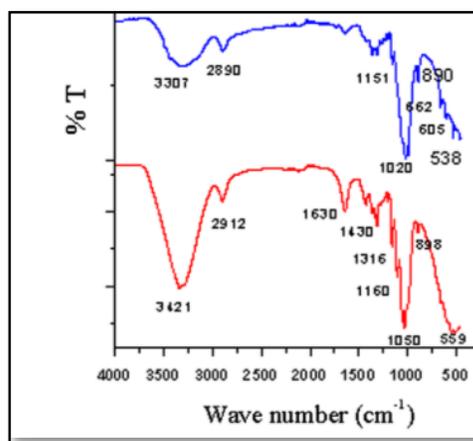
- Lejano $10-650\text{ cm}^{-1}$
- Medio $650-4000\text{ cm}^{-1}$
- Cercano $4000-12500\text{ cm}^{-1}$

De este grupos de regiones en el análisis químico cualitativo la región media es la utilizada comúnmente puesto que en esta región la mayoría de compuestos orgánicos absorben energía debido a la excitación vibracional causada por la presencia de enlaces covalentes entre átomos (Haris & Chapman, 1995).

Para realizar el análisis (FTIR) se coloca el analito en el porta muestra, donde un haz de luz infrarroja generada por un espectrofotómetro incide con la misma y el procesador arroja en la pantalla un espectro similar a la figura 6, el espectro que arroja la pantalla es único para cada tipo de muestra que se analice (Sun, Sun, Zhao, & Sun, 2004).

Figura 6.

Espectro IR en la región de 400-4000 cm^{-1} -Ejemplo



Nota. Tomado de (Pillai et al., 2013)

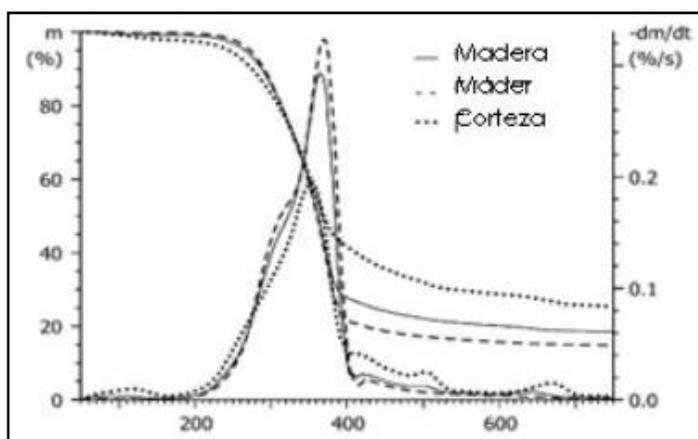
2.16.2. Análisis Termogravimétrico (TGA)

Análisis químico, que es comúnmente utilizado para estudiar las reacciones de descomposición térmica de diferentes tipos de materiales mediante un grupo de técnicas capaces de monitorear una muestra con relación a la temperatura o tiempo, este procedimiento se efectúa en una atmósfera específica y aun régimen programado de temperatura.

Mientras se realiza el análisis termogravimétrico se registra la pérdida de peso de la muestra (analito) a medida que se incrementa la temperatura, hasta temperaturas de 1200°C bajo condiciones controladas de velocidad de calentamiento y diferentes atmósferas de reacción, al culminar este proceso se obtiene de esta manera las curvas denominadas (TG) o termogramas y las curvas de análisis termogravimétrico diferencial (DTG) como se puede apreciar en la figura 7 donde se muestran resultados de análisis termogravimétrico de la descomposición de diferentes tipos de madera (Manals-Cutiño, Penedo-Medina, & Giralt-Ortega, 2011).

Figura 7.

Curvas TGA y DTG de tipos de madera – Ejemplo



Nota. Tomado de (Mészáros, 2004)

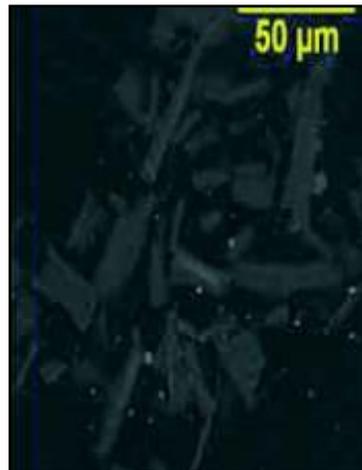
2.16.3. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Se basa en el principio de la microscopia óptica en la cual se sustituye el haz de luz por un haz de electrones, con esto se consigue hasta 100 \AA , la cual es una resolución muy superior a cualquier instrumento óptico (Viloria et al., 2014).

La caracterización dimensional de la nanocelulosa se realiza en un microscopio electrónico de barrido ya mencionado con distancias de 5mm y 15 kV. Para dicho caso se colocan $16 \mu\text{L}$ de la dispersión sobre obleas de silicio las mismas que son recubiertas de cinta de carbono y será sometido a un tratamiento térmico de $105 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 15 minutos mostrando resultados como los que se representan en la figura 8. (Jiang & Hsieh, 2013).

Figura 8.

Resultado de Análisis SEM



Nota. Tomado de (Herrera Terán, 2018)

CAPÍTULO III

3. METODOLOGÍA

3.1. Equipos, materiales y reactivos

En presente trabajo de titulación se utilizaron equipos, materiales y reactivos disponibles en el laboratorio de Petroquímica de la Universidad de las Fuerzas Armadas-ESPE-Latacunga, que se detallan en la Tabla 4.

Tabla 4.

Equipos, materiales y reactivos

Equipos	Marca	Rango
Balanza analítica digital	Denver Instrument Company, Modelo AAA 250LE	0-250 g
Estufa	Boeco-modelo Isotherm OFA	
pHmetro	Boeco-modelo BT-675	0-14
Rotavapor	Boeco-RVO 400 SD	Temperatura: 0°C a Rotación: 0 a 280 rpm Presión:
Calentador	Boeco	Temperatura: 0°C a Rotación: 0 a 1000 rpm
Manta de calentamiento	Boeco-Serie KM-M	
Bomba de Vacío		
Molino		
Prensa de Compresión		
Centrífuga	Boeco-Modelo C-28A	Velocidad de centrifugación : 400 rpm

Equipos	Marca	Rango
Espectrofotómetro Infrarrojo FT-IR	Perkin Elmer Spectrum- Modelo Spectrum Two	Rango de barrido predeterminado/cm ⁻¹ : 450-4000
Microscopio de Fuerza Atómica	NX10, Park System.	
Microscopía electrónica de barrido (SEM)	Marca ZEISS modelo DSM-960A	
Espectroscopía de absorción Atómica	Perkin Elmer Aanalyst 200	
Materiales	Especificaciones	
Balón de destilación	2500 ml	
Balón aforado	25 ml, 100 ml	
Pipetas graduadas	5 ml, 10 ml	
Agitador magnético	Mediano, pequeño	
Matraz Kitasato	500 ml	
Embudo buchner	-	
Vasos de precipitación	50ml, 100 ml, 250 ml, 600 ml, 1000ml, 2000 ml	
Mortero	-	
Varilla de agitación		
Extractor soxhlet		
Papel Filtro		
Pinzas de tres dedos		
Espátula		
Soporte universal		
Espátula		

Materiales	Especificaciones
Termómetro	300 °C
Embudo de decantación	50 ml
Reactivos	Especificaciones
Hidróxido de sodio	(98%) – CAS: 1310-73-2
Ácido sulfúrico	(95.6%) – CAS: 7664-93-9
Ácido acético	(99.9%) - CAS: 64-19-7
Acetato de sodio	(99%) - CAS: 127-09-3
Clorito de sodio	(99.9%) - CAS: 7758-19-2
Acetona	(99%) - CAS: 67-64-1
Di Sulfuro de carbono	(98%) - CAS: 75-15-0
Cloruro de cadmio	
Agua destilada	
Cascara de café	Portoviejo-Manabí-Ecuador (BELCET)

Nota. Esta tabla muestra los materiales, equipos y reactivos utilizados para el desarrollo de trabajo de investigación.

3.2. Proceso de acondicionamiento de materia prima

Se detalla a continuación el proceso que se llevó a cabo a la cascara de café como materia prima para poder someterla a mecanismos posteriores para la obtención de nanocelulosa.

3.2.1. Recolección de Materia Prima

La materia prima fue recolectada en el sector rural de la ciudad de Portoviejo donde se encuentra la empresa productora y exportadora de café BELCET S.A, la misma que facilito aproximadamente 5 Kg de cáscara de café obtenida como subproducto del procesamiento del café, cabe mencionar que esta esta cáscara estuvo completamente seca.

La materia prima fue transportada al laboratorio de la universidad y almacenada adecuadamente para su posterior tratamiento.

3.2.2. Tratamiento Físico

La materia prima cascara de café fue lavada con abundante agua destilada para separar solidos e impurezas que pueden afectar a su posterior tratamiento, debido a que se desea una cascara de café muy fina para el posterior tratamiento la materia prima se sometió a un proceso de molienda, este proceso se repitió varias veces hasta obtener un fibra de cascara de café completamente fina.

Figura 9.

Molienda de Cáscara de Café



Nota. El gráfico representa la molienda de la materia prima (cáscara de café)

3.2.3. Acondicionamiento de la cáscara de café

Una vez que se obtuvo una cascara de café muy fina después del proceso de molienda, nuevamente se lavó con abundante agua destilada para eliminar cualquier sustancia no deseada que pueda afectar en el proceso, se realizaron alrededor de 8 lavados consecutivos.

Posteriormente la materia prima lavada correctamente se sometió a un secado en una estufa Boeco-modelo Isotherm OFA a una temperatura de 55 °C hasta que no exista variación en su peso.

Figura 10.

Secado de Cáscara de Café



Nota. El gráfico representa el acondicionamiento de la materia prima (cáscara de café)

3.3. Tratamiento Químico

3.3.1. Tratamiento alcalino para la obtención de celulosa

La cascara de café lavada y secada anteriormente fue sometida a hidrólisis básica, 12 gramos de materia prima se trataron con 240 ml de una solución de Hidróxido de sodio NaOH 4

% p/p en relación masa de materia prima volumen de solución 1:20, este tratamiento se efectuó a condiciones de reflujo para evitar la evaporación de la solución de hidróxido de sodio NaOH durante el proceso de reacción, por lo que se adecuó un sistema para dicho tratamiento como se muestra en la figura 11.

Figura 11.

Tratamiento alcalino a condiciones de reflujo



Nota. El gráfico representa el tratamiento químico de la materia prima (cáscara de café)

Los sólidos de la materia prima se colocaron conjuntamente con 240 ml de solución en el balón del equipo seguido de una cámara soxhlet y un condensador, la reacción se efectuó a una temperatura de reflujo aproximadamente 70°C durante 3 horas con agitación continua. Luego, el sólido resultante se filtró al vacío y se lavó con agua destilada varias veces hasta remover la solución alcalina y alcanzar un pH neutro. El tratamiento alcalino se repitió por dos ocasiones.

Una vez que se obtuvo los sólidos libre de solución alcalina estos se dejaron secar en una estufa a 55°C por 10 horas, luego los sólidos se pesaron con el fin de conocer los gramos de

celulosa obtenidos, a este procedimiento se realizaron 7 réplicas como se muestra en la tabla 5, con el fin de evaluar el porcentaje de pectinas, lignina y celulosa presentes en la cascara de café.

Tabla 5.

Peso de cada muestra de CC previo al tratamiento alcalino

Cáscara de Café (CC)	
Número de muestra	Peso (g)
1	12.04
2	12.08
3	12.03
4	12.05
5	12.09
6	12.13
7	12.11

Nota. Esta tabla muestra el peso inicial de la materia prima para cada ensayo

3.3.2. Blanqueamiento de celulosa

Debido a la gran pigmentación oscura que presenta la celulosa a partir de la cascara de café, se realizó un blanqueamiento, para ello se preparó un solución buffer de ácido acético y acetato de sodio con pH 5, otra solución de clorito de sodio NaClO_2 1.7% en peso que actúa como agente blanqueador y una mezcla de solidos de celulosa y agua (relación de masa 1:20),

las tres soluciones fueron mezcladas en proporciones iguales y se sujetaron a temperatura de reflujo por 4 horas como se muestra en la figura 12, este proceso se repitió 2 veces hasta conseguir un blanqueamiento en su totalidad.

Figura 12.

Blanqueamiento de Celulosa a condiciones de reflujo



Nota. El gráfico representa el proceso de blanqueamiento de celulosa.

3.3.3. Tratamiento ácido para la obtención de nanocelulosa

Los nanocristales de celulosa se obtuvieron mediante hidrólisis ácida de las fibras blanqueadas como se describen en (Johar, Ahmad, & Dufresne, 2012) y (Collazo-Bigliardi et al., 2018). Las fibras se sometieron en una solución de ácido sulfúrico H_2SO_4 64% p/p a temperatura de 50 °C, 280 rpm, tiempo de 45 minutos y relación ácido celulosa 10 ml de ácido/gramo de celulosa, este procedimiento se efectuó en un rotavapor Boeco-RVO 400 SD como se muestra en a figura 13.

Figura 13.

Hidrólisis Ácida de Celulosa



Nota. El gráfico representa el tratamiento químico para la obtención de nanocelulosa.

El tiempo de reacción y la relación ácido celulosa se determinó mediante los resultados arrojados por parte del diseño experimental 4x3, una vez que concluyó la reacción se diluyó varias veces para detener la reacción, las fibras de celulosa hidrolizadas fueron lavadas consecutivamente mediante centrifugación a 3500 rpm durante 20 minutos como se muestra en la figura 14, este procedimiento se culminó cuando se formó un precipitado de material celulósico y se eliminó el exceso de ácido, obteniendo de esta manera un pH neutro.

Figura 14.

Centrifugación de material celulósico



Nota. El gráfico representa el proceso de centrifugación de nanocelulosa.

3.4. Diseño experimental para la obtención de Nanocelulosa

Debido a que no existe información establecida de condiciones de procesamiento para la obtención de nanocelulosa a partir de cáscara de café, se definieron distintos parámetros de proceso para la hidrólisis ácida en función de estudios realizados por: (Cherian et al., 2008), (Jiang & Hsieh, 2013), (Loelovich, 2012), (Herrera Terán, 2018), (Dai, Ou, Huang, & Huang, 2018). En la tabla 6 se detallan los parámetros utilizados por cada autor para la obtención de nanocelulosa a partir de distintas fuentes de materia prima.

Tabla 6.

Condiciones de proceso para la obtención de nanocelulosa.

Autor(es)	Jiang y Hsieh	Cherian et	Loelovich	Herrera	Dai et al.
Materia prima	Arroz	Plátano	Celulosa Comercial	Puntas de abacá	Piña
Temperatura °C	50	50	50	50	50
Concentración H₂SO₄ (%p/p)	64	64	64	64	64
Tiempo de Reacción (min)	60	15	60	45	45
Relación ácido(ml)/celulosa(g)	9	12	10	10	20

Nota. Esta tabla muestra las diferentes condiciones de cada proceso aplicado para obtención de nanocelulosa.

Debido a la información expuesta en la tabla 6 se determinó un diseño experimental factorial 4x3 en el cual se consideró como variable de operación al tiempo de reacción y la

relación ácido/celulosa, ya que muestran una variación significativa en cada proceso, la temperatura de reacción y la concentración del ácido sulfúrico H_2SO_4 no se consideraron variables para el diseño experimental ya que se identifican como un valor constante para cada proceso de operación en los distintos estudios realizados.

Con estas consideraciones representadas en diferentes estudios se propuso el diseño factorial 4x3 de la siguiente manera.

Tabla 7.

Diseño experimental para la obtención de nanocelulosa

Tiempo de hidrólisis (min)	Relación ácido/celulosa (ml/g)
15	10
	12
	13
30	10
	12
	13
45	10
	12
	13
60	10
	12
	13

Nota. Esta tabla muestra las condiciones de cada ensayo para la elaboración del diseño experimental

3.5. Análisis Químico

Una vez concluida la etapa de obtención de celulosa y nanocelulosa a partir de la cascara de café y la solución resultante con una concentración de Cadmio (II) desconocida, fue necesario analizar las distintas tipos de muestras que se consiguieron por diferentes técnicas de análisis para corroborar los resultados obtenidos como se detalla a continuación.

3.5.1. Espectroscopía de Infrarrojo con transformada de Fourier

Se realizaron análisis de FT-IR a distintas muestras como se detalla a continuación:

- Se realizó el análisis a la muestra de materia prima sin tratar para poder identificar la cantidad de pectinas, lignina y hemicelulosa de la cáscara de café.
- La muestra de celulosa comercial se sometió a un análisis para poder corroborar resultados obtenidos de celulosa a partir de la cáscara de café con la muestra patrón.
- Posteriormente de la aplicación del proceso alcalino a la cascara de café los sólidos resultantes fueron sometidos a respectivo análisis para su comprobación de resultados obtenidos.
- La muestra de nanocelulosa a partir de la cáscara de café también fue sometida al respectivo análisis para identificar los cambios obtenidos respecto a la muestra de celulosa.

Todos los espectros de las distintas muestras que se sometieron a un análisis FT-IR se efectuaron como se detalla a continuación.

- Longitud de onda de 4000 a 450 cm^{-1}
- Temperatura ambiente $\pm 20^\circ\text{C}$

- Velocidad de desplazamiento de los espejos de 0.2 cm/s
- Línea Base
- Resolución 16
- Cantidad de barridos 8

Todos los espectros se obtuvieron mediante un espectroscopio infrarrojo vibracional Perkin Elmer Spectrum- Modelo Spectrum Two como se detalla en la figura 15.

Figura 15.

Espectroscopio infrarrojo vibracional Perkin Elmer Septum



Nota. El gráfico muestra el espectroscopio utilizado para el análisis correspondiente.

3.5.2. Análisis Termogravimétrico (TGA)

La caracterización de las propiedades físicas y químicas de nanocelulosa y biosorbente con respecto a su composición se llevó a cabo mediante un análisis termogravimétrico, el mismo que se realizó en función de la temperatura en una atmósfera controlada. Para ello se utilizaron 6 mg tanto de nanocelulosa como de biosorbente, esta cantidad fue calentada desde

temperatura ambiente hasta 600°C con una tasa de calentamiento de 10°C/min en una atmosfera de Nitrógeno N₂ (50 ml/min).

3.5.3. Análisis de Microscopia electrónica de barrido (SEM)

El análisis de microscopia electrónica de barrido se llevó a cabo para determinar la morfología de la superficie de nanocelulosa y la longitud de las nanofibrillas, para dicho análisis las muestra de nanocelulosa fueron colocadas sobre una cinta de carbono doble faz en un portamuestra para microscopía electrónica de barrido. Posteriormente las muestras fueron cubiertas con oro, para este fin se usó un vaporizador de oro Sputter Coating Quorum Q10R bajo las siguientes condiciones: 15mA y 80 mTorr por 60 segundos, produciendo una capa de un espesor aproximado de 20 nm. Las observaciones en el SEM se realizaron con el detector de Electrones Secundarios (SE) a 10 kV.

3.5.4. Espectroscopía de Absorción Atómica (AAS)

La muestra de cadmio que se va analizar es aspirada a través de un tubo capilar y conducida a un nebulizador en el cual esta se desintegra formando pequeñas gotas de líquido, las mismas que son conducidas hacia una flama donde se produce la atomización, dichos átomos absorben la radiación y a cantidad de radiación absorbida está en función de su concentración, la señal emitida pasa por una serie de instrumentos hasta llegar a un sistema de lectura capaz de transformar una señal electrónica en un valor que puede ser interpretado.

3.6. Procedimiento experimental del Biosorbente

Una vez que se obtiene nanocelulosa a partir de la cáscara de café (NCC), dicha muestra es sometida a un determinado proceso para obtener el biosorbente y aplicarlo en una solución contaminada de Cadmio (II) para su posterior análisis.

3.6.1. Obtención del Biosorbente

El biosorbente fue preparado a mediante una xantación de nanocelulosa de cáscara de café (NCC) para ello se mezclaron 3 gramos de nanocelulosa (NCC) con una solución de Hidróxido de sodio NaOH 4 M relación masa volumen 1:13, la muestra se sometió a agitación continua y temperatura ambiente por un tiempo de 3 horas, a continuación se adiciono a la muestra 2 ml de Di sulfuro de Carbono CS₂ por 3 horas siguientes, una vez concluido el proceso se dejó reposar por 1 hora, el exceso de álcali se eliminó por medio de filtración al vacío con abundante agua destilada hasta alcanzar un pH neutro. Finalmente la mezcla obtenida se lavó con acetona y se almaceno a baja temperatura.

3.6.2. Preparación de la solución de Cadmio

La solución madre de 1000 ppm de Cadmio Cd (II) se preparó disolviendo 2.03 gramos de Cloruro de Cadmio CdCl₂ · $\frac{1}{2}$ H₂O en 1000 ml de solución. A dicha solución se aplicó el factor dilución como se muestra en la ecuación (1) para obtener soluciones estándares de concentración de Cadmio (Cd) en un rango de 50-300 ppm, el pH de cada solución estándar se ajustó empleando soluciones de Ácido Clorhídrico HCl 0.1 M e Hidróxido de Sodio NaOH 0.1 M según se requiera.

$$C1 * V1 = C2 * V2 \quad (1)$$

3.6.3. Aplicación del Biosorbente

Para la aplicación del biosorbente se tomó en cuenta distintos parámetros como: la cantidad de biosorbente utilizado, el tiempo de contacto del biosorbente, pH de la solución y la concentración de cadmio (II) en cada solución, para una solución de 200 ml de concentración de Cadmio (II) 50 ppm se aplicó 0.4 gramos de biosorbente por un tiempo de contacto de 45 minutos, a una temperatura de 25°C y agitación continua, posteriormente la solución se filtró al vacío y la concentración de Cadmio (Cd) de la solución resultante se determinó por espectroscopía de absorción atómica.

El estudio de isothermas de absorción se realizó a distintas cantidades de biosorbente 0.3-0.4-0.5-0.8 gramos a una concentración inicial de Cadmio (II) de 50 ppm y un mismo tiempo de contacto para determinar la cantidad de biosorción mediante la ecuación (2).

$$q_e = \frac{C_o - C_e}{m} * V \quad (2)$$

Donde C_o y C_e es la concentración inicial y concentración de Cadmio (II) en equilibrio respectivamente, V es el volumen de la solución y m es la cantidad de biosorbente utilizado.

CAPÍTULO IV

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Identificación de la materia prima

Debido a las características que presenta la cáscara de café obtenida en la empresa BELCET S.A ubicada en la provincia de Portoviejo se identifica a la materia prima como cáscara de café de tipo arábigo.

Figura 16.

Cáscara de café tipo Arábigo



Nota. El gráfico muestra el tipo de cáscara que se utilizó como materia prima

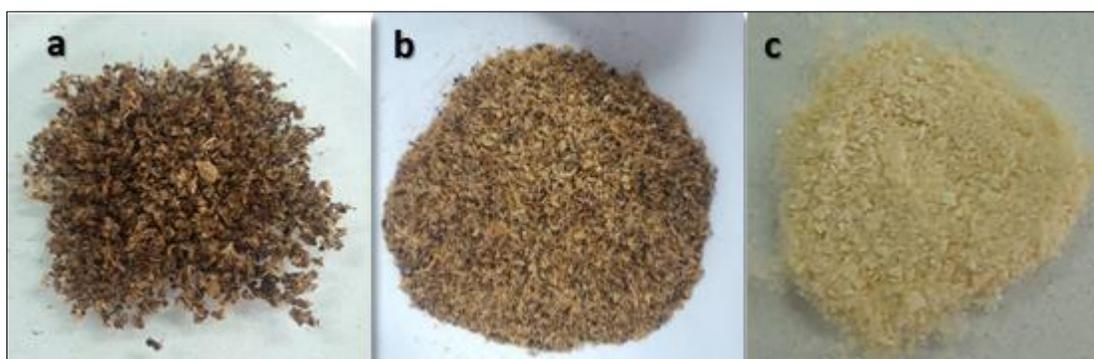
Gran parte de la población del sector El Rodeo de Portoviejo se dedica a la producción de café tipo arábigo, que durante el proceso se obtiene como desecho la cáscara de café, la misma que al no presentar un valor agregado su valor final es nulo.

4.2. Obtención de nanocelulosa a partir de cáscara de café

En las tablas 8 y 9 se indica la masa inicial y la masa final después de cada proceso al que ha sido sometido la materia prima como son: tratamiento básico y tratamiento ácido en cada una de las siete replicas que se realizaron para cada tratamiento. En la Figura 17 muestra el producto obtenido subsiguiente a cada tratamiento.

Figura 17.

a) Cáscara de Café (CC) b) Celulosa (CCC) c) Nanocelulosa (NCC)



Nota. El gráfico representa el proceso de transformación de materia prima

La extracción sólido-líquido (lixiviación) se llevó a cabo en cada proceso mediante el cual se determinó la cantidad de masa y el porcentaje de los sólidos solubilizados en cada tratamiento como fue lignina, hemicelulosa y celulosa presente en la cáscara de café, estos resultados se ilustran en las tablas 8 y 9.

Tabla 8.

Masa de CC antes y después del tratamiento básico

NUMERO DE MUESTRA	CANTIDAD DE MATERIA PRIMA(g)	CELULOSA OBTENIDA (g)	CANTIDAD DE LIGNINA (g)	RENDIMIENTO DE LIGNINA REMOVIDA(%)
1	12,01	4,95	7,06	58,78
2	12,08	5,12	6,96	57,62

NUMERO DE MUESTRA	CANTIDAD DE MATERIA PRIMA(g)	CELULOSA OBTENIDA (g)	CANTIDAD DE LIGNINA (g)	RENDIMIENTO DE LIGNINA REMOVIDA(%)
3	12,03	5,09	6,94	57,69
4	12,05	5,12	6,93	57,51
5	12,09	5,14	6,95	57,49
6	12,13	5,26	6,87	56,64
7	12,11	5,18	6,93	57,23

Nota. Esta tabla muestra la cantidad de materia obtenida después del tratamiento básico en cada ensayo.

Tabla 9.

Masa de CC después del tratamiento ácido

NÚMERO DE MUESTRA	CANTIDAD INICIAL CC (g)	CANTIDAD FINAL CC (g)	CANTIDAD DE SÓLIDOS SOLUBILIZADOS (g)	RENDIMIENTO %
1	4,95	3,38	1,57	13,07
2	5,12	3,43	1,69	13,99
3	5,09	3,45	1,64	13,63
4	5,12	3,41	1,71	14,19
5	5,14	3,47	1,67	13,81
6	5,26	3,52	1,74	14,34
7	5,18	3,45	1,73	14,29

Nota. Esta tabla muestra cantidad de materia obtenida después del tratamiento ácido en cada ensayo.

La veracidad de los datos obtenidos son demostrados mediante una análisis estadístico “t”, el cual muestra si existe una diferencia significativa en cada proceso al que se sometió la cáscara de café, este análisis se realiza con un numero de réplicas total a siete (n=7), $t=2.447$ y un intervalos de confianza de 95 % para dos tipos muestras emparejadas.

En la tabla 10 se muestran los resultados obtenidos mediante el análisis “t”, la media, además de un análisis de desviación estándar respecto a la cantidad en gramos de sólidos

solubilizados y el rendimiento, la media de la cantidad sólidos solubilizados calculada en el tratamiento básico correspondiente a la cantidad de lignina removida con un total de 6.95 gramos siendo un valor verdadero al encontrarse dentro del intervalo de confianza de 95%, revelando de esta manera que el rendimiento en porcentaje de lignina en la cáscara de café es de 57.57%.

Tabla 10

Análisis de dispersión de datos para el contenido de lignina.

	<i>Cantidad de Sólidos Solubilizados (g)</i>
Media	6,95
Desviación estándar	0,054
Observaciones	7
Intervalo de confianza	95 %
Superior	6.952
Inferior	6.947

Nota. Esta tabla muestra el análisis estadístico.

En la tabla 11 de igual manera se arroja el análisis “t” de la desviación estándar y la media correspondiente a la cantidad de sólidos solubilizados y el rendimiento en el tratamiento ácido, dicha media corresponde a la cantidad de hemicelulosa removida con un valor total de 1.68 gramos de acuerdo al análisis “t” mostrando de esta manera que dicho valor es verdadero al encontrarse dentro del rango de confianza del 95% y presentando un rendimiento de hemicelulosa de 13.90 %.

Tabla 11.

Análisis de dispersión de datos para el contenido de hemicelulosa.

	<i>Cantidad de Sólidos Solubilizados (g)</i>
Media	1,68
Desviación estándar	0,054
Observaciones	7
Intervalo de confianza	95%

	<i>Cantidad de Sólidos Solubilizados (g)</i>
Superior	1.682
Inferior	1.677

Nota. Esta tabla muestra el análisis estadístico.

En función a los datos anteriormente analizados para cada tratamiento de lixiviación, se muestra en la tabla 12 la composición lignocelulósica de la cáscara de café tipo arábigo.

Tabla 12.

Composición lignocelulósica de la cáscara de café (*Coffea arabica*)

<i>Composición % W/W en base a la cáscara de café (CC)</i>		
	<i>Masa Inicial (g)</i>	<i>Rendimiento %</i>
Cáscara de café	12.06	-
Lignina	6.95	57.57
Hemicelulosa y Pectinas	1.68	13.90
Celulosa Nano cristalina	3.44	28.52
Total		100.00

Nota. Esta tabla muestra la composición de la materia prima (cáscara de café)

La tabla 12 muestra que el mayor porcentaje de remoción se identifica en el tratamiento básico que da lugar a la eliminación de la lignina seguido por el tratamiento ácido en el cual ocurre la cristalización de zonas amorfas de celulosa y la remoción de la hemicelulosa, mostrando el porcentaje más bajo del componente lignocelulósico.

En la tabla 13 se muestra la comparación del rendimiento obtenido con resultados proporcionados en literatura para la materia prima cáscara del café.

Tabla 13.

Comparación de componente lignocelulósico con literatura reportada

<i>Comparación de Rendimiento %</i>		
	<i>Cáscara de café tipo Arábigo %</i>	<i>(Collazo-Bigliardi et al., 2018)%</i>
Lignina	57.57	44.6
Hemicelulosa y Pectinas	13.90	19.5
Celulosa Nano cristalina	28.52	35.9

Nota. Esta tabla muestra una comparación entre los resultados experimentales con los resultados reportados en bibliografía.

Como se muestra en la tabla 13 los resultados obtenidos comparados con la literatura de (Collazo-Bigliardi et al., 2018) el porcentaje de rendimiento de celulosa nano cristalina y hemicelulosa son cercanos mientras que el de lignina muestra una diferencia significativa esto se debe a que el porcentaje de cada componente lignocelulósico puede variar de acuerdo al tipo de café que se utilice como materia prima para respectiva investigación.

Mediante el análisis estadístico realizado se determinó un porcentaje considerable de celulosa nano cristalina (NCC) 28.52% a partir de la cáscara de café obtenida en la empresa BELCET S.A ubicada en la provincia de Portoviejo por lo que se identifica como un rendimiento asequible para la producción de un biosorbente a partir de dicha materia prima.

4.3. Determinaciones de condiciones más adecuadas de relación ácido/celulosa y tiempo de hidrólisis para la obtención de nanocelulosa.

La materia de celulosa obtenida fue sometida a hidrólisis a condiciones del diseño experimental factorial 4x3 como se detalla en la sección 3.4, para cada tratamiento se realizó 3

repeticiones para un tiempo de hidrólisis de 15, 30, 45 y 60 minutos para cada uno y una relación de 10, 12, y 13 ml de ácido por cada gramo de celulosa , los resultados de la cantidad de gramos de nanocristales de celulosa obtenidos para cada tiempo de reacción y cada relación ácido/celulosa se muestran reflejados en las tablas subsiguientes.

Tabla 14.

Diseño experimental de obtención de nanocelulosa

Diseño Experimental n=3			
TIEMPO	RELACIÓN ÁCIDO(ml)/CELULOSA(g)	CELULOSA(g)	NANOCELULOSA (g)
15	10	4	1,84
	12		1,78
	13		1,76
30	10	4	2,05
	12		2,04
	13		2,01
45	10	4	2,25
	12		2,20
	13		2,16
60	10	4	2,15
	12		2,10
	13		2,06

n=3

Nota. Esta tabla muestra los resultados del diseño experimental.

Como se muestra en la tabla los resultados obtenidos se identifica que la mayor cantidad de nanocristales de celulosa se alcanzaron a un tiempo de reacción de 45 minutos y una relación de ácido/celulosa de 10 mL/g, para todos los tratamientos se aplicó un método de lavado por centrifugación.

4.3.1. Tiempo de reacción 15 minutos

Para estas condiciones los resultados de rendimiento de cada tratamiento se muestran reflejados en la tabla 15.

Tabla 15

Tiempo de reacción 15 minutos.

Tiempo de Hidrólisis	Relación ácido/celulosa	Réplicas			Media	Desviación estándar
		1	2	3		
Minutos	mL/g	1	2	3	-	-
15	10	46.25 %	45.75%	46%	46%	0,20
	12	45%	44.25%	44.5%	44.58%	0,31
	13	45%	44%	43.25%	44.08%	0,71

Nota. Esta tabla muestra los resultados del diseño experimental.

A las condiciones mencionadas e mayor porcentaje de obtención de nanocelulosa se alcanza a 15 minutos de hidrólisis y una relación de 10 mL/g.

4.3.2. Tiempo de reacción 30 minutos

Para estas condiciones los resultados de rendimiento de cada tratamiento se muestran reflejados en la tabla 16.

Tabla 16.

Tiempo de reacción 30 minutos.

Tiempo de Hidrólisis	Relación ácido/celulosa	Réplicas			Media	Desviación estándar
		1	2	3		
Minutos	mL/g	1	2	3	-	-
30	10	51%	51.75 %	51.25%%	51.33%	0,31
	12	50.75%	51%	51%	50.92%	0,12
	13	49.75%	50.25%	50.75%	50.25%	0,41

Nota. Esta tabla muestra los resultados del diseño experimental.

Para el tiempo de reacción de 30 minutos al igual que el tiempo de hidrólisis de 15 minutos el mayor rendimiento se obtuvo a una relación ácido/celulosa de 10 mL/g.

4.3.3. Tiempo de reacción 45 minutos

Para estas condiciones los resultados de rendimiento de cada tratamiento se muestran reflejados en la tabla 17.

Tabla 17.

Tiempo de reacción 45 minutos.

Tiempo de Hidrólisis	Relación ácido/celulosa	Réplicas			Media	Desviación estándar
		1	2	3		
Minutos	mL/g	1	2	3	-	-
45	10	56.75%	55.75 %	56.25%%	56.25%	0,41
	12	56%	54.75%	54.5%	55.08%	0,66

	13	55.5%	53.5%	53.25%	54.08%	1.01
--	----	-------	-------	--------	--------	------

Nota. Esta tabla muestra los resultados del diseño experimental.

Al igual que los anteriores tratamientos se obtiene un rendimiento más altos a una relación ácido/celulosa de 10 mL/g.

4.3.4. Tiempo de reacción 60 minutos

Para estas condiciones los resultados de rendimiento de cada tratamiento se muestran reflejados en la tabla 18.

Para estas condiciones los resultados de rendimiento de cada tratamiento se muestran reflejados en la tabla 18.

Tabla 18.

Tiempo de reacción 60 minutos

Tiempo de Hidrólisis	Relación ácido/celulosa	Réplicas			Media	Desviación estándar
		1	2	3		
Minutos	mL/g	1	2	3	-	-
60	10	53.75%	52.75 %	54.5%	53.67%	0,72
	12	53%	52%	52.75%	52.58%	0,42
	13	52%	51%	51.75%	51.58%	0.42

Nota. Esta tabla muestra los resultados del diseño experimental.

Para las condiciones de este tratamiento se alcanzó un alto rendimiento a la relación de ácido/celulosa de 10 mL/g al igual que los tratamientos anteriores.

4.3.5. Rendimiento para cada condición de ensayo

Los mejores rendimientos alcanzados en cada ensayo a determinadas condiciones de tiempo de reacción y relación de cantidad de ácido por gramos de celulosa se reflejan en la tabla 19.

Tabla 19.

Resumen de ensayo

Relación ácido/celulosa	Tiempo de Hidrólisis	Media	Desviación estándar
mL/g	min	-	-
10	15	46%	0,20
	30	51.33%	0,31
	45	56.25%	0.41
	60	53.67	0.72

Nota. Esta tabla muestra el resultado más óptimo del diseño experimental.

Con base a los resultados reportados anteriormente de cada ensayo se identificó que el mayor rendimiento de obtención de nanocelulosa se alcanza a una relación de ácido/celulosa de 10mL/g, conforme se aumenta el tiempo de reacción se consigue un mayor porcentaje de nanocelulosa, sin embargo los resultados en cada ensayo denotan que a mayor cantidad de ácido y tiempo de hidrólisis más largo el rendimiento decrece como se muestra en la tabla 14 debido a que las cadenas de celulosa se hidrolizan más rápido formando nanocristales de menor tamaño (Beck-Candanedo, Roman, & Gray, 2005).

Este suceso ocurre a en el último ensayo de 60 minutos de reacción, ya que al hidrolizarse mayor cantidad de cadenas de celulosa y obtener nanocristales de menor tamaño en el método de lavado por centrifugación la recuperación de nanocristales fue compleja, decreciendo de esta manera el rendimiento por lo que se consideró el tiempo de hidrólisis de 45 minutos y una relación de ácido/celulosa de 10 mL/g como las mejores condiciones para la obtención de nanocelulosa.

Las condiciones determinadas se verifican mediante un análisis de datos ANOVA denotando los siguientes resultados en la tabla 20.

Tabla 20.

ANÁLISIS DE VARIANZA (ANOVA)

Análisis de varianza de dos factores con una sola muestra por grupo				
<i>RESUMEN</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
15 min de Rx	3	136,25	45,42	0,52
30 min de Rx	3	151,50	50,50	0,44
45 min de Rx	3	168,25	56,08	0,40
60 min de Rx	3	158,75	52,92	0,77
10 ml ácido/g celulosa	4	207,75	51,94	19,89
12 ml ácido/g celulosa	4	204,75	51,19	21,64
13 ml ácido/g celulosa	4	202,25	50,56	19,35

ANÁLISIS DE VARIANZA						
<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
TIEMPO DE REACCIÓN	182,18	3	60,73	794,98	3,45375E-08	4,76
RELACIÓN ÁCIDO/CELULOSA	3,79	2	1,90	24,82	0,001254231	5,14
Error	0,46	6	0,08			
Total	186,43	1				

Nota. Esta tabla muestra un análisis ANOVA realizado a los resultados obtenidos en el desarrollo de esta investigación.

El valor estadístico de F debe ser al menos igual o mayor que el valor crítico para determinar que los resultados son estadísticamente significativos en este caso el valor de f para el tiempo de reacción confrontado con su valor crítico es mucho mayor al compararlo con la relación ácido/celulosa, debido a estos resultados se determina que en el proceso la variable más significativa es el tiempo de reacción, además al alejarse las dos variables de su valor crítico muestran que existe una relación significativa en la cantidad de ácido por cantidad de celulosa y el tiempo de reacción.

4.4. Caracterización por diferentes técnicas de análisis.

4.4.1. Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier de materia prima, celulosa y nanocelulosa

La espectroscopía infrarroja FT-IR es una técnica de análisis muy útil para determinar grupos funcionales de cada componente lignocelulósico presentes en las muestras resultantes después de cada tratamiento de lixiviación realizado en este estudio.

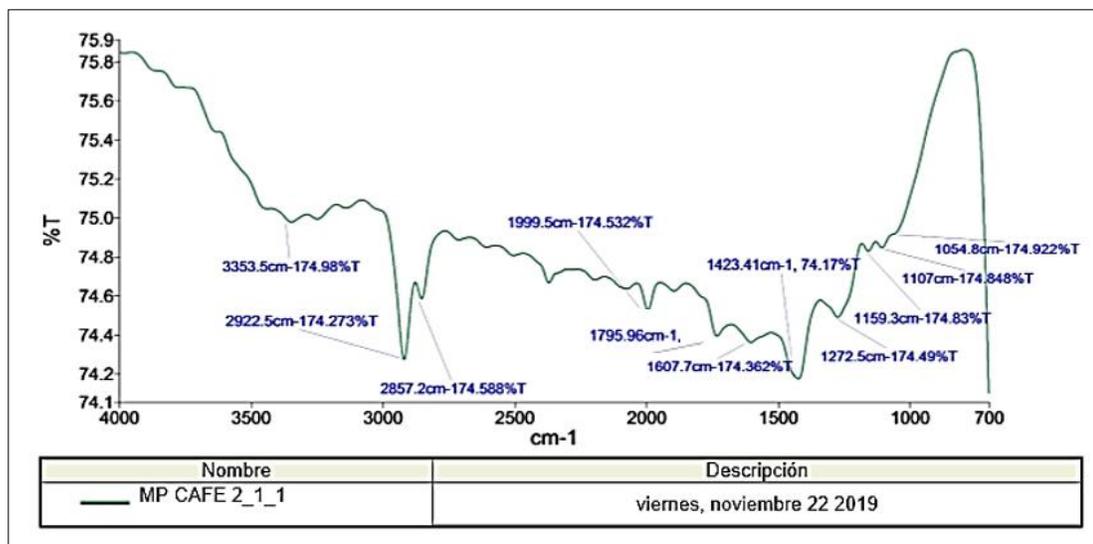
En la figura 18 se muestra el espectro IR de la materia prima cáscara de café en el rango vibracional de 4000 a 700 cm^{-1} . Esta materia prima presenta una estructura molecular muy compleja por lo que es difícil una clara interpretación de cada componente lignocelulósico sin embargo presentan bandas características de lignina, hemicelulosa, pectinas y celulosa inmersas en la materia prima.

A la longitud de onda de 3353.5 cm^{-1} muestra un pico debido al estiramiento de grupo funcional O-H correspondiente al grupo alcohólico del polisacárido y al grupo fenólico perteneciente a la lignina, la banda a 2922.5 cm^{-1} es atribuida a las vibraciones de los estiramientos de enlaces C-H correspondientes a los componentes lignocelulósicos. Los picos que se muestran en el intervalo de 2800 cm^{-1} hasta 1995.5 cm^{-1} presentan una baja intensidad y corresponden a las n-parafinas (alcanos) presentes en las grasas de la cáscara de café. El pico a 1795.96 cm^{-1} se atribuye a las vibraciones C = O propio de los ácidos carboxílicos en la hemicelulosa y enlaces éster entre grupos carboxílicos presentes en la lignina (Santos et al., 2013).

La banda a 1617 cm^{-1} muestra un pico de baja intensidad el mismo que muestra la flexión del enlace O-H de las moléculas de agua absorbidas por parte de la cáscara de café. En los intervalos de la banda de 1795.96 cm^{-1} a 1423.41 cm^{-1} se aprecia anillos aromáticos presentes en la lignina y el pico a 1423.41 cm^{-1} que muestra apreciable intensidad corresponde a los grupos CH_2 pertenecientes a las vibraciones de celulosa, a longitud de 1272.5 cm^{-1} aparece con una baja intensidad la vibración del enlace CH_3 (Bermello et al., 2008).

Figura 18.

Espectro IR de Cáscara de Café



Nota. El gráfico representa el análisis IR de cáscara de café.

En la figura 19 se realiza una comparación de espectro IR de cascara de café, celulosa y nanocelulosa obtenida, para ellos se analizan la variación de los picos a cada longitud de onda debido a los cambios físicos que se producen en cada tratamiento de lixiviación.

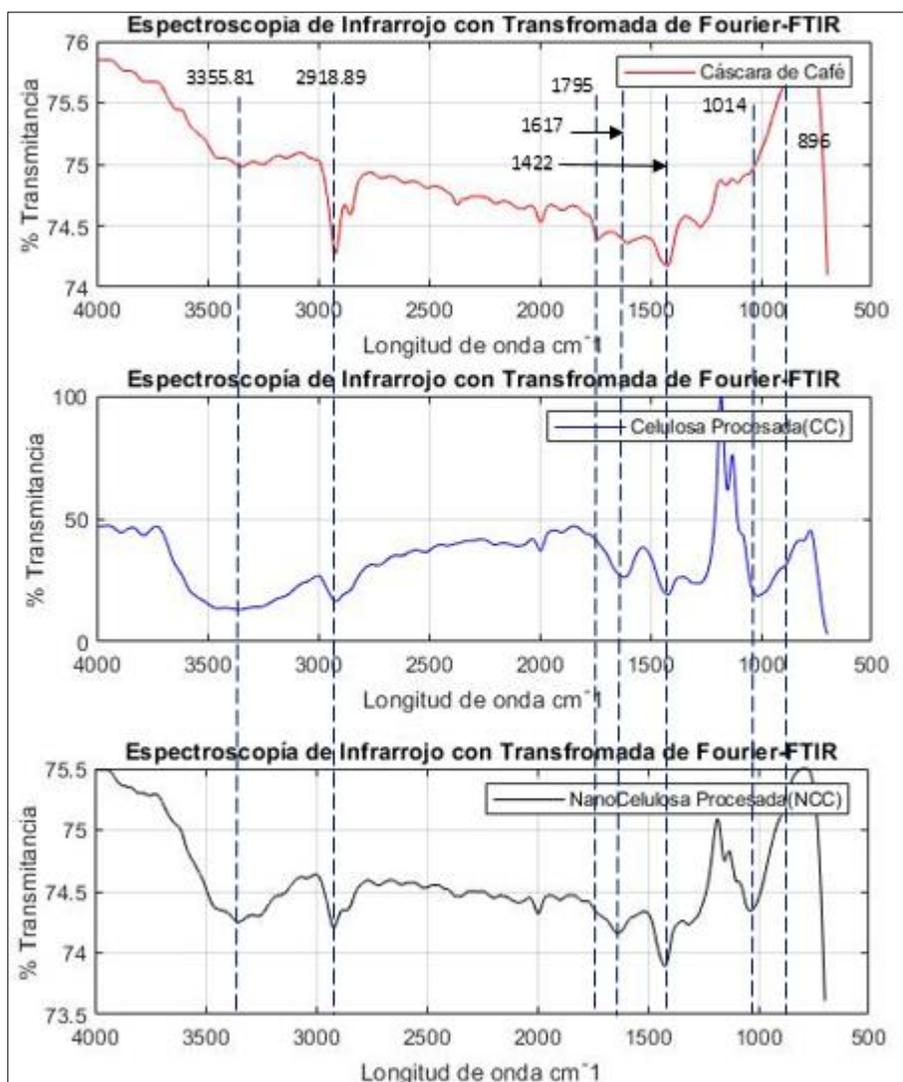
A la longitud de onda de 3355.81 cm^{-1} se aprecia un pico amplio y fuerte debido a las vibraciones de los grupos O-H y un pico relativamente débil a 2919.89 cm^{-1} para las vibraciones de enlaces C-H de compontes lignocelulósicos. Al comparar el espectro IR de CC sin tratar con el espectro IR de celulosa y nanocelulosa después del tratamiento se aprecia que el pico a la longitud de onda 1795.96 cm^{-1} disminuye casi en su totalidad, esto se debe a la eliminación de lignina y hemicelulosa, al igual que el pico débil a longitud de onda 1520 cm^{-1} de la cascara de café se considera como característica de la lignina y se atribuye a la vibración C=C desaparece después del tratamiento, lo que indica una eliminación de favorable de lignina (Neto, Silvério, Dantas, & Pasquini, 2013).

A la longitud de onda de 1617 cm^{-1} se aprecia que el pico del espectro IR de la celulosa y nanocelulosa procesada presenta una mayor pronunciación y esto es atribuido a la flexión O-H de las moléculas de agua absorbidas debido a que la celulosa y el agua presentan una fuerte interacción. La banda a 1423.41 cm^{-1} que corresponden a los grupos funcionales CH_2 pertenecientes a las vibraciones de celulosa al comparar el espectro IR de celulosa con nanocelulosa se nota un claro aumento en el pico debido al incremento de componentes celulósicos (Dai et al., 2018).

A una longitud de onda de 1054.8 cm^{-1} ocurre un incremento del pico con una intensidad muy fuerte debido una vibración asimétrica de los enlaces C-O-C que corresponde al estiramiento del anillo de β -glucopiranososa que constituye a la glucosa, finalmente los enlaces β -glucosídicos aparecen a partir de una longitud de onda de 896 cm^{-1} (Zara et al., 2017).

Figura 19.

Comparación de Espectros IR de CC-CCC-NCC



Nota. El gráfico representa el análisis IR de cáscara de café, celulosa y nancelulosa.

En la tabla 21 se realiza una comparación de los espectros IR para identificar la diferencia que existe en la intensidad de los picos a la misma longitud de onda para los diferentes muestras analizadas que son: materia prima (cáscara de café C), celulosa (CC) y nanocelulosa (NCC).

Tabla 21.

Comparación de los espectros IR entre materia prima (cáscara de café C), celulosa (CC) y nanocelulosa (NCC).

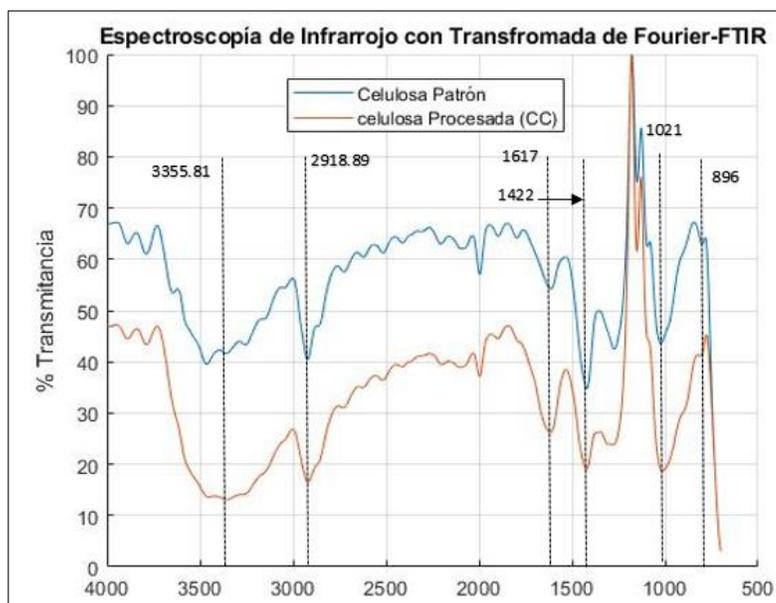
#	Longitud de Onda (cm ⁻¹)	Estiramiento	Intensidad		
			Cáscara de café (C)	Celulosa (CC)	Nanocelulosa (NCC)
1	3355	O-H	Medio	Fuerte	Fuerte
2	2918	C – H	Muy Fuerte	Fuerte	Fuerte
3	1795	C = O	Fuerte	Muy débil	Muy débil
4	1617	H ₂ O	Medio	Fuerte	Medio
5	1422	CH ₂	Medio	Medio	Fuerte
6	1014	C – O – C	Muy débil	Muy Fuerte	Muy Fuerte
7	896	β- glucosídicos	Débil	Medio	Medio

Nota. Esta tabla muestra comparación de los picos en cada espectro a cierta longitud de onda

En la figura 20 se muestra una comparación de los espectros IR de celulosa obtenida respecto a la celulosa comercial de marca de Sigma-Aldrich, como se observa existe una gran similitud en los picos característicos de grupos funcionales de celulosa, además se puede identificar que no existen picos significativos a la longitud de onda 1795.96 cm⁻¹ y 1520 cm⁻¹ los mismos que son característicos de hemicelulosa y lignina.

Figura 20.

Comparación de espectro IR celulosa obtenida vs celulosa comercial



Nota. El gráfico muestra una comparación de espectros IR entre celulosa comercial y la celulosa procesada.

En la tabla 22 se muestra una comparación de los espectros IR de celulosa obtenida con la celulosa comercial.

Tabla 22.

Comparación de espectro IR celulosa obtenida con celulosa comercial

#	Longitud de Onda (cm ⁻¹)		Intensidad		Estiramiento
	Celulosa (CCC)	Celulosa Comercial Sigma-Aldrich	Celulosa (CCC)	Celulosa Comercial Sigma-Aldrich	
1	3355.8	3357.8	Fuerte	Fuerte	O-H
2	2918.89	2926.8	Fuerte	Fuerte	C-H
3	1647.40	1613.34	Fuerte	Medio	H ₂ O

#	Longitud de Onda (cm ⁻¹)		Intensidad		Estiramiento
	Celulosa (CCC)	Celulosa Comercial Sigma-Aldrich	Celulosa (CCC)	Celulosa Comercial Sigma-Aldrich	
4	1421.19	1419.88	Medio	Fuerte	CH ₂
5	1014.35	1021.81	Muy Fuerte	Muy Fuerte	C – O – C
6	896.23	896.10	Medio	Medio	β- glucosídicos

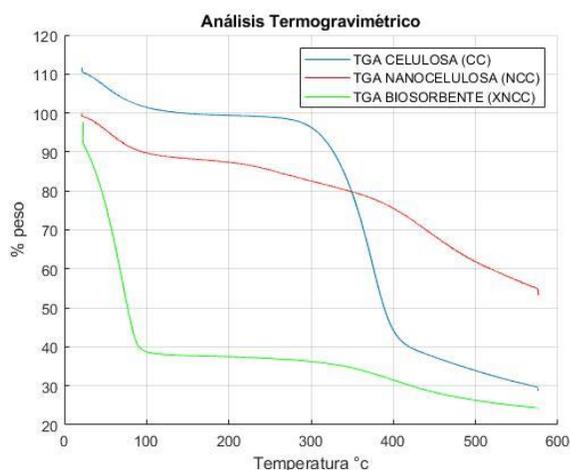
Nota. Esta tabla muestra comparación de los picos en cada espectro a cierta longitud de onda entre celulosa comercial y la celulosa procesada.

4.4.2. Análisis termogravimétrico (TGA)

La estabilidad térmica de los materiales es fundamental para determinar la temperatura de proceso para su posterior aplicación, es por ello que se realizó un análisis termogravimétrico que se muestra en la figura 21, en el termograma se muestran las curvas de la celulosa obtenida a partir de la cáscara de café, nanocelulosa y biosorbente sintetizado.

Figura 21.

Termograma de (CC, NCC, XNCC)



Nota. Este gráfico muestra el resultado de análisis TGA para celulosa de cáscara de café, nanocelulosa y biosorbente

En todas las muestras analizadas se muestra una pérdida de peso por debajo de los 100 °C esto es debido a la evaporación de agua, de 100 a 150 °C se representa la pérdida de compuestos de bajo peso molecular presentes en estas muestras. La muestra de celulosa adquirida a partir de la cáscara de café se identificó que se descompone en un rango de temperatura de 290 °C hasta 375 °C, mientras que la nanocelulosa presenta una descomposición a temperaturas más baja de 150°C y un rango de temperatura de descomposición más amplia al igual que el comportamiento de descomposición del biosorbente sintetizado que muestra una curva muy similar a la curva de nanocelulosa.

El comportamiento de descomposición de los nanocristales de celulosa NCC se muestra diferente a los de celulosa debido al aumento de área superficial expuesta al calor y a la presencia de iones sulfatos en la superficie de los cristales que catalizan las reacciones de transición de sólido a gas (Jiang & Hsieh, 2013). La descomposición de la nanocelulosa en el rango de 150 a 300 °C se debe a la degradación de las zonas amorfas sulfatadas mientras que la etapa de 300 a 400 °C muestra la descomposición del cristal no sulfurado (Dai et al., 2018).

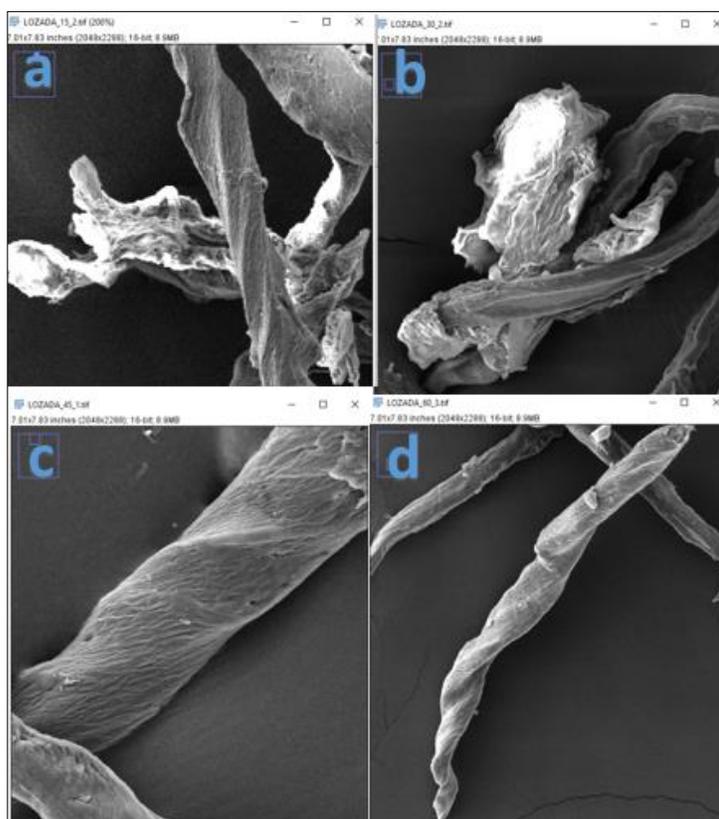
A pesar de que los nanocristales de celulosa se descomponen a una menor temperatura se obtuvo residuos de carbón más altos de 40 % comparados con los de celulosa de 30% esto se atribuye a que a una menor temperatura de descomposición se favorece las reacciones de deshidratación y además a la presencia de regiones amorfas y cristalinas sulfatadas que actúan como retardadores de llama durante el proceso de degradación, los resultados obtenidos en este análisis son similares a los reportados en literatura por Dai et al., (2018) y Herrera et al., (2018). En comparación con la celulosa y nanocelulosa el biosorbente sintetizado muestra una amplia descomposición en su peso antes de los 100 °C debido a que no se le aplicó ningún método de secado y únicamente fue almacenado a bajas temperaturas para su posterior análisis por lo que existe una considerable evaporación de agua.

4.4.3. Análisis Morfológico

Con el fin de indagar cambios estructurales de las nanofibras de la cáscara de café a tiempos de hidrólisis ácida de 15, 30, 45 y 60 minutos se realizó un análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM) donde se muestran los resultados en la figura 22.

Figura 22.

Imágenes SEM a) 15 minutos b) 30 minutos c) 45 minutos d) 60 minutos



Nota. Este gráfico muestra resultado de análisis SEM a diferentes tiempos de reacción.

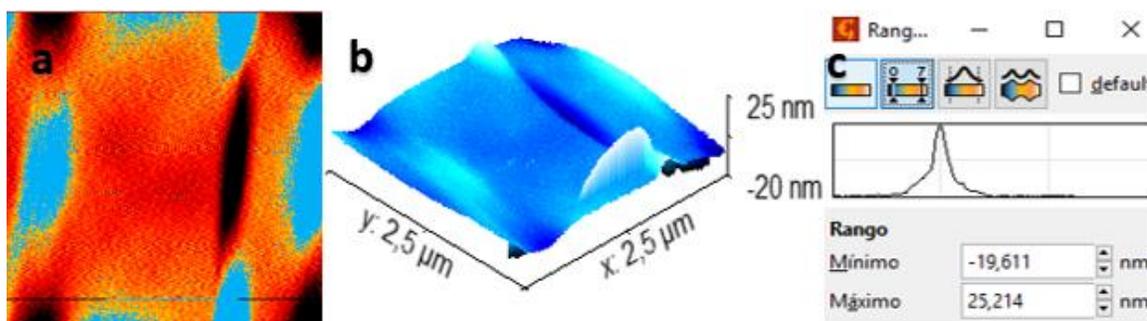
En la figura 22 se puede apreciar la diferencia que existe en las estructuras morfológicas de las muestras a diferentes tiempos de hidrólisis, estas muestras fueron analizadas mediante el software Fiji, para un tiempo de 15 minutos de hidrólisis ácida para formar las nanofibras de cáscara de café mostró una superficie amorfa esto se debe al poco tiempo de reacción, la

muestra de 30 minutos de hidrólisis evidenció una superficie rugosa pero más ordenada, mientras que para un tiempo de hidrólisis ácida de 45 y 60 minutos las muestras revelaron una superficie cristalina y uniforme debido a que se formaron nanocristales de menor tamaño.

Para determinar el tamaño de los nanocristales y verificar que tanto su diámetro como longitud de encuentren dentro del rango de 10 a 1000 nanómetros de longitud y de 3 a 50 nanómetros de diámetro (Payán, 2016), se utilizó el análisis de microscopía de fuerza atómica (FMA), cuyos resultados se revelan en la figura 23 y tabla 23.

Figura 23.

Imágenes FMA a) representación de fibra 2D b) representación de fibra 3D c) determinación de diámetro



Nota. Este gráfico muestra resultado de análisis FMA

Tabla 23.

Medición de la longitud de nanocelulosa

#	Longitud (nm)
1	133.959
2	154.984
3	95.525
4	166.379
5	163.487
6	203.214
Promedio	152.92 (nm)

Nota. Esta tabla representa el promedio de longitud de nanocelulosa según análisis de FMA.

La imagen FMA realizada a la mejor muestra de nanocelulosa determinada en el diseño experimental fue analizada mediante el Software Gwyddion y software Fiji dando como resultado un diametro de 25.21 nm y una longitud de 152.92 nm, las dimensiones obtenidas mediante este analisis son similares a las reportadas en literatura por Dai et al., (2018).

4.5. Análisis de parámetros de Biosorción

El biosorbente se obtuvo mediante un xantación al polímero natural nanocelulosa a partir de la cáscara de café, el mismo que se colocó en una prensa manual para obtenerlo en forma de pellets como se muestra en la figura 24, este biosorbente se sometió en agua contaminada de cadmio a diferentes concentraciones arrojando resultados óptimos de biosorción.

Figura 24.

Biosorbente en forma de pellets



Nota. Este gráfico muestra la presentación de biosorbente en forma de pellets.

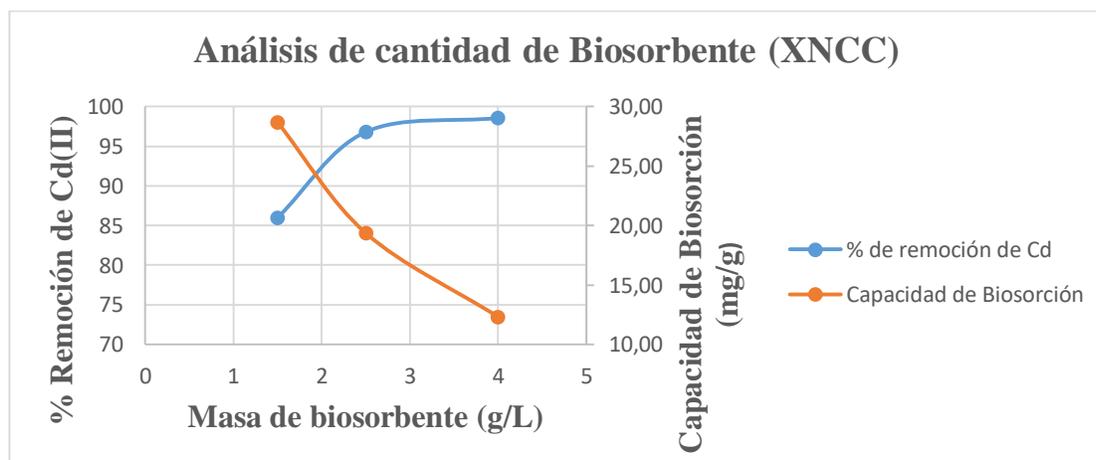
4.5.1. Cantidad de biosorbente

Se determinó que el porcentaje de remoción de cadmio Cd(II) aumenta conforme se utiliza mayor cantidad de biosorbente como se muestra en la figura 25 esto se debe a que existe

mayor área superficial por lo tanto más zonas de unión para la absorción de cadmio, sin embargo la capacidad de biosorción disminuyó, ya que esta capacidad se define como la masa de cadmio Cd(II) adsorbida por unidad de masa de adsorbente, si se aumenta la cantidad de biosorbente manteniendo constante la concentración de iones cadmio Cd(II) la capacidad de adsorción de cadmio disminuye debido a que existe un menor número de iones cadmio Cd(II) disponibles, esto indica que al aumentar la masa de biosorbente existe mayor cantidad de sitios insaturados durante el proceso de adsorción (Gupta & Babu, 2009). Identificando que la cantidad de biosorbente apropiada para posterior análisis es 2 g/L debido a que se encuentra un balance entre el porcentaje de remoción de cadmio y la capacidad de biosorción.

Figura 25.

Análisis de cantidad de Biosorbente (XNCC)



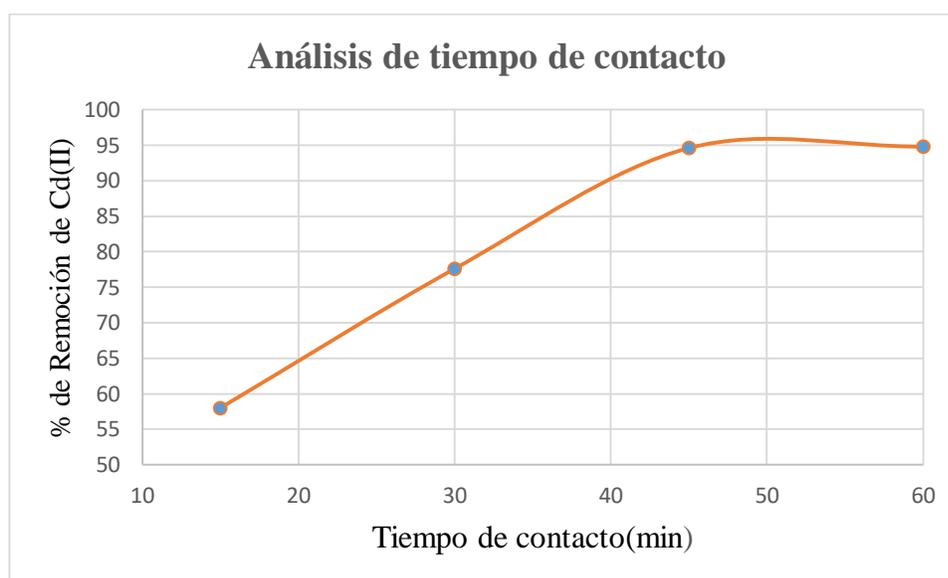
Nota. Este gráfico muestra el porcentaje de remoción obtenido de acuerdo a la masa de biosorbente utilizado.

4.5.2. Tiempo de contacto

El porcentaje de la remoción de cadmio en función del tiempo de contacto del biosorbente se representa en la figura 26.

Figura 26.

Análisis de tiempo de contacto



Nota. Este gráfico muestra el porcentaje de remoción obtenido de acuerdo al tiempo de contacto del biosorbente utilizado.

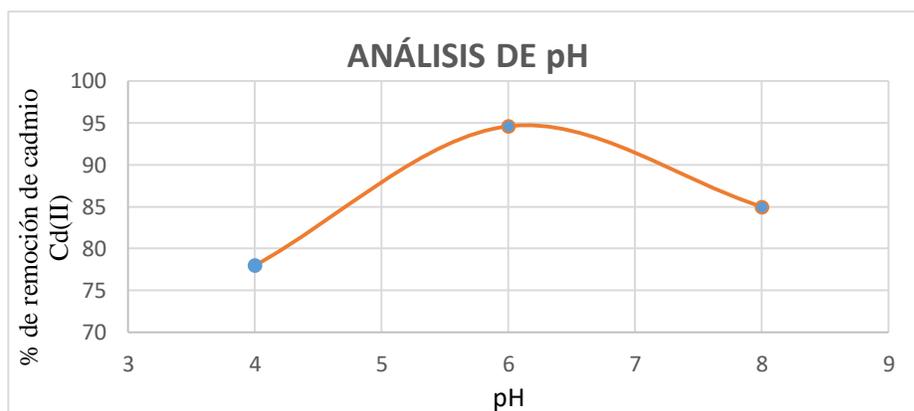
En los resultados se evidencia que a un corto tiempo ya empieza una biosorción rápida de iones cadmio Cd(II), la biosorción de iones metálicos en la superficie del adsorbente depende de la interacción electrostática y de la disponibilidad de iones metálicos alrededor del biosorbente (Anirudhan, Fernandez, & Mullassery, 2012). De esta manera se evidencia un equilibrio de biosorción a un tiempo de 45 minutos indicando que sitios de adsorción anteriormente disponibles se saturan.

4.5.3. Efecto del pH en la biosorción

El pH del agua contaminada con cadmio es una variable que presenta una gran influencia en la biosorción como se muestra en la figura 27, a un pH inferior a 6 se muestra un menor porcentaje de remoción de cadmio esto se debe al aumento de densidad positiva protones en los sitios de la superficie provocando de esta manera una repulsión electrostática entre los positivos, al igual que valores de un pH mayor a 6 presenta una disminución en la tasa de biosorción debido a la gran presencia de complejos de hidróxido aniónico que disminuye la concentración de iones cadmio libres disminuyendo de esta manera el porcentaje de absorción del ion cadmio Cd(II) (Ramos, Díaz, Guerrero, Mendoza, & Aragón, 2004). A partir de los resultados obtenidos se definió al pH igual a 6 como óptimo para siguientes estudios de biosorción de cadmio Cd (II).

Figura 27.

Análisis de pH



Nota. Este gráfico muestra el porcentaje de remoción obtenido de acuerdo al pH de agua contaminada con Cadmio (II).

4.5.4. Estudio de remoción de cadmio

A partir de diferente concentración inicial de cadmio Cd (II) de 50 hasta 300 ppm sometidas a biosorción por XNCC a una temperatura constante, un pH igual a 6 y un tiempo de contacto de remoción de 45 minutos se obtuvo los siguientes resultados reflejados en la tabla 24. Conforme aumenta la concentración inicial de cadmio Cd (II) disminuye el porcentaje de remoción de cadmio, debido a que los sitios de unión para la adsorción de cadmio se saturan.

Tabla 24.

Porcentaje de remoción de Cadmio Cd (II)

Porcentaje de remoción de Cadmio Cd(II)				
Condiciones	Co (mg/L)	Ce (mg/L)	% de remoción	Q_e (mg/g)
pH 6	50	2,7	94,6	23,65
Tiempo 45 min	100	40	60	30
XNCC 0.4 g	200	100	50	50
Volumen 0,2 L	300	141	53	79,5

Nota. Esta tabla muestra el porcentaje de remoción de cadmio a las mejores condiciones de aplicación del biosorbente para diferentes concentraciones iniciales de Cadmio (II).

4.5.5. Estudio de Isotermas

El estudio de las isotermas de adsorción definen la relación entre la concentración del sorbato y su grado de sorción sobre la superficie del biosorbente a una temperatura constante (Pillai et al., 2013). Para este estudio se tomó en cuenta dos isotermas más representativas: isotermas de Langmuir y Freundlich, los datos necesarios para el estudio de las isotermas se muestran en la tabla 25.

Tabla 25.

Datos de adsorción

Concentración Inicial Co(ppm)	Masa XNCC(g)	Concentración en equilibrio Ce (ppm)	X=(Co-Ce) *0,2 L	Capacidad de Biosorción qe=X/m	C=Ce/qe	log qe	log Ce
50	0	50	0	-	-	-	1,699
50	0,3	7	8,6	28,67	0,24	1,457	0,845
50	0,4	2,7	9,46	23,65	0,11	1,374	0,431
50	0,5	1,6	9,68	19,36	0,08	1,287	0,204
50	0,8	0,72	9,86	12,32	0,06	1,091	-0,143

Nota. Esta tabla muestra diferentes datos de adsorción para el posterior estudio de isothermas.

- Isotherma de Langmuir

La isoterma de Langmuir para adsorción está definida por la siguiente ecuación.

$$q_e = \frac{Q_0 * C_e * b}{(1 + b * C_e)} \quad (3)$$

Donde la isoterma de Langmuir tiene la siguiente correlación de forma linealizada

(y=mx+b).

$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{b * Q_0} * \frac{1}{C_e} \quad (4)$$

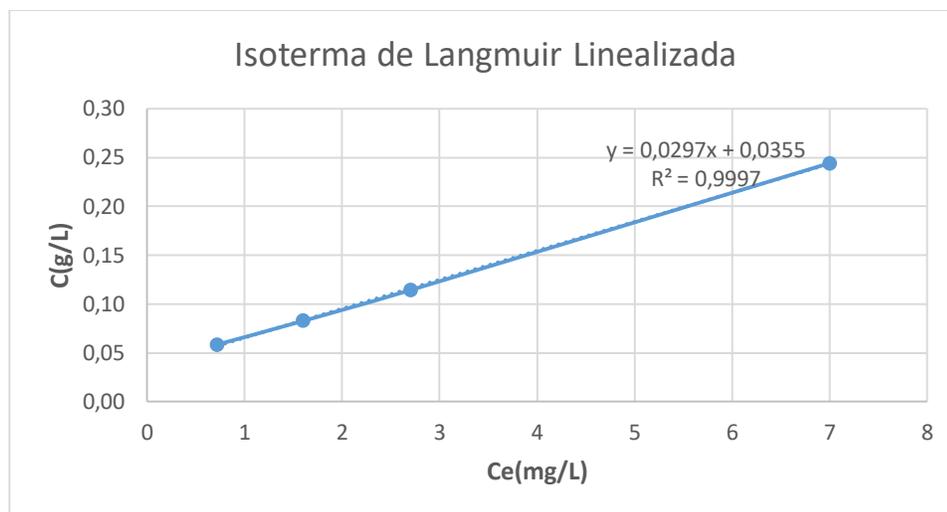
Donde:

b = Constante de adsorción.

C_e = Concentración en el equilibrio.

Q₀ = Capacidad máxima de retención del metal.

Con los siguientes datos se grafica la isoterma de Langmuir linealizada como se muestra en la figura 28, para verificar el R² cercano a 1 en el cual se verifica que la función está bien descrita por el modelo.

Figura 28.*Isoterma de Langmuir Linealizada*

Nota. Este gráfico muestra la linealización de la Isoterma de Langmuir en base a datos de adsorción.

Mediante regresión lineal se obtiene la ecuación de la forma:

$$y = 0.0297 + 0.0355(x) \quad (5)$$

$$\frac{1}{Q_0} = 0.0297$$

Despejando Q_0

$$Q_0 = 33.67$$

$$b = 0.836$$

Los resultados obtenidos mostraron una constante de adsorción igual a 0.83, una capacidad máxima de retención del metal igual a 33.67 y un factor adimensional de Langmuir RL igual a 0.023 mostrando al sistema como favorable.

La ecuación de la isoterma de Langmuir en su forma original se representa de la siguiente manera:

$$q_e = \frac{33.67 * C_e * 0.83}{(1 + 0.83 * C_e)} \quad (6)$$

- Isoterma de Freundlich

La isoterma de Freundlich está definida por la siguiente ecuación

$$q_e = k * C_e^{\frac{1}{n}} \quad (7)$$

La isoterma de Freundlich tiene la siguiente correlación, asemejándose a la forma lineal de la recta $y=mx+b$

$$\log q_e = \log k + \frac{1}{n} * \log C_e$$

Dónde:

k = Constante de adsorción

C_e = Concentración de equilibrio.

n = Constante de empírica.

Los resultados obtenidos de la linealización de la isoterma de Freundlich muestran la siguiente ecuación.

$$y = 0.3674x + 1.1793 \quad (8)$$

Donde

$$\log k = 1.1793 \quad \frac{1}{n} = 0.3674$$

$$k = 15.11 \quad n = 2.72$$

Obteniendo la ecuación de la isoterma de Freundlich en la forma original.

$$q_e = 15.11 * C_e^{\frac{1}{2.72}} \quad (9)$$

Tabla 26.*Isoterma de Langmuir*

Isoterma Langmuir	
Ce	$q_e = \frac{33.67 * Ce * 0.83}{(1 + 0.83 * Ce)}$
7	28,72
2,7	23,28
1,6	19,20
0,72	12,59

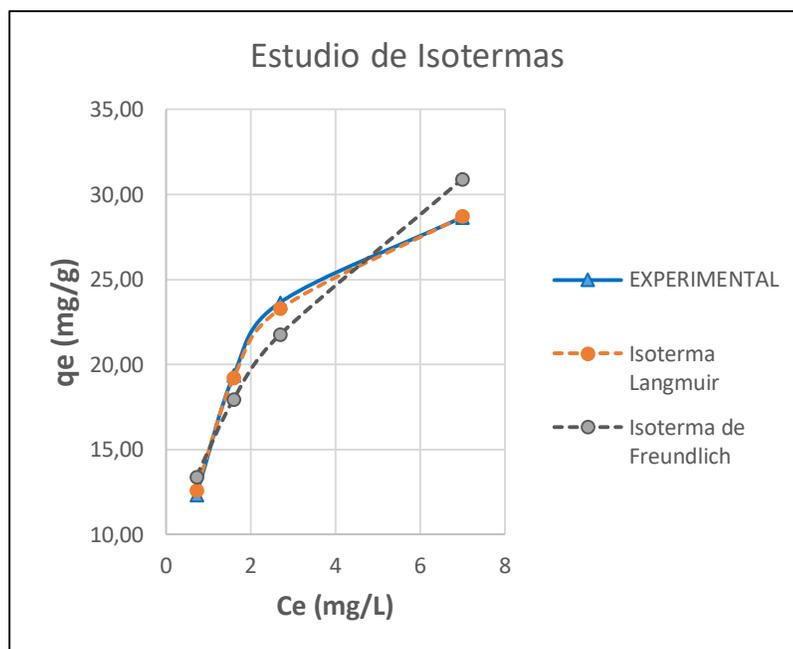
Nota. Esta tabla muestra los datos de adsorción para graficar la isoterma de Langmuir.

Tabla 27.*Isoterma de Freundlich*

Isoterma de Freundlich	
Ce	$q_e = 15.11 * C_e^{\frac{1}{2.72}}$
7	30,9
2,7	21,76
1,6	17,96
0,72	13,39

Nota. Esta tabla muestra los datos de adsorción para graficar la isoterma de Freundlich.

Con los resultados de los parámetros de las isotermas como se muestra en la tabla 26 y 27 se graficó las isotermas de Langmuir y Freundlich de forma no lineal respecto a los resultados obtenidos experimentalmente como se muestra en la figura 29. En la cual se identifica que el modelo de los resultados experimentales es muy similar al modelo de las isotermas de Langmuir y Freundlich.

Figura 29.*Estudio de Isotermas*

Nota. Este gráfico muestra una comparación del comportamiento del proceso de adsorción de cadmio que muestran las isotermas de Langmuir y Freundlich con los resultados experimentales.

CAPÍTULO V

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones

- Mediante la técnica de análisis espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) se evidenció los cambios físicos y químicos después de cada tratamiento, mostrando de esta manera la eliminación de lignina y hemicelulosa a longitudes de onda correspondientes, de la misma manera se identificó enlaces propios de celulosa O-H, C – H, CH₂, C – O – C y β-glucosídicos a longitudes de onda muy similares a la celulosa comercial Sigma Aldrich.
- Las condiciones más favorables para la obtención de nanocelulosa se determinaron mediante un diseño factorial 4x3, identificando un tiempo favorable de reacción de 45 minutos y una relación ácido/celulosa de 10 mL/g, y un método más adecuado de lavado por centrifugación, debido a que se obtiene un mayor porcentaje de recuperación de materia.
- La cáscara de café es considerada un desecho en la industria, constituida en su mayoría de material lignocelulósico. De acuerdo a la investigación, la cáscara de café de tipo (Coffea arabica) proveniente del cantón rodeo de Portoviejo fue sometida al proceso físico-químico para eliminar componentes lignocelulósicos no deseados, arrojando de esta manera un porcentaje de 28.52% de Celulosa nano cristalina, comparado con literatura por Collazo, Ortega & Chiralt no difiere significativamente, interpretándolo de esta manera eficiente para la elaboración de un biosorbente capaz de adsorber cadmio como metal pesado.

- En el tratamiento básico se evidenció una gran solubilidad debido al método empleado, capaz de estabilizar las disoluciones de lignina, por otro lado se verificó la extracción de hemicelulosa y cristalización de zonas amorfas mediante un tratamiento ácido.
- El análisis morfológico de nanofibras de celulosa se efectuó por microscopía electrónica de barrido (SEM), mostrando una superficie cristalina y uniforme, por el contrario para su cuantificación se utilizó microscopía de fuerza atómica (FMA) arrojando resultados de 152.92 nm de longitud y 25.21 nm de diámetro.
- Al evaluar las características de los materiales de acuerdo a su composición mediante la técnica de análisis termogravimétrico (TGA), se identificó que la celulosa muestra una descomposición térmica a 290°C, mientras que la nanocelulosa y el biosorbente mostraron una temperatura de descomposición más baja de 150 °C y más amplia, debido a la presencia de iones sulfatos y una mayor área superficial expuesta al calor.
- El análisis de adsorción de Cadmio Cd (II) como metal pesado se determinó mediante espectroscopía de absorción atómica de cadmio AAS, revelando un porcentaje de 94.6% de adsorción de cadmio Cd (II) por parte del biosorbente sintetizado.
- Mediante análisis de absorción atómica AAS se identificaron las mejores condiciones de adsorción, evidenciando que para una total de 200 mL de agua contaminada de cadmio Cd (II) la cantidad de biosorbente adecuado es 0,4 gramos, pH igual a 6 y un tiempo de contacto de 45 minutos, debido a que la variación de concentración en equilibrio no es significativa para un tiempo más prolongado.
- El estudio de isothermas de Langmuir y Freundlich se realizó en base a los resultados obtenidos de biosorción, revelando una gran similitud entre la tendencia del modelo

experimental y el modelo de las isothermas de Langmuir y Freundlich, confrontando al proceso de adsorción de cadmio Cd (II) a partir de biosorbente (XNCC) como eficiente.

5.2. Recomendaciones

- Se recomienda realizar una caracterización por difracción de rayos X (DRX) para determinar el porcentaje de cristalinidad presente en la nanocelulosa obtenida a partir de la cáscara de café y obtener más datos comparativos con literatura reportada.
- Se propone neutralizar el pH de la solución ácida con una solución básica Hidróxido de Sodio NaOH 0,1 M para obtener mayor porcentaje de recuperación en el lavado por centrifugación, además de implementar en el laboratorio un lavado mediante membranas de diálisis.
- Se recomienda realizar un estudio de adsorción para metales distintos al cadmio Cd (II) y comparar los diferentes resultados.
- Para complementar la investigación, se plantea realizar un estudio de regeneración del biosorbente mediante la utilización de ácido clorhídrico (HCl) para el proceso de desorción de cadmio Cd (II).

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Aguilar, R., Ramirez, J., Garrote, G., & Vázquez, M. (2002). Kinetic study of the acid hydrolysis of sugar cane bagasse. *Journal of food engineering*, 55(4), 309-318.
- Anirudhan, T. S., Fernandez, N. B., & Mullassery, M. D. (2012). Removal of Cd (II) ions from aqueous solution using a cation exchanger derived from banana stem. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 87(5), 714-722.
- Beck-Candanedo, S., Roman, M., & Gray, D. G. (2005). Effect of reaction conditions on the properties and behavior of wood cellulose nanocrystal suspensions. *Biomacromolecules*, 6(2), 1048-1054.
- Bermello, A., Díaz, D., Martínez, R., Quintana, G., Mieres, G., & Leal, J. A. (2008). Estudio de un material compuesto de partículas de bagazo de caña y matriz de polietileno mediante espectrometría FTIR. *ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*, 42(1-3), 106-111.
- Börjesson, M., & Westman, G. (2015). Crystalline nanocellulose—preparation, modification, and properties *Cellulose-fundamental aspects and current trends*: IntechOpen.
- Calero, L. D. R. (2013). *Incidencia de la Agricultura en el Crecimiento y Desarrollo Económico del Ecuador del 2006 al 2012*. San Francisco de Quito, Quito.
- Canché-Escamilla, G., los Santos-Hernández, D., Andrade-Canto, S., & Gómez-Cruz, R. (2005). Obtención de celulosa a partir de los desechos agrícolas del banano. *Información tecnológica*, 16(1), 83-88.
- Cañizares-Villanueva, R. O. (2000). Biosorción de metales pesados mediante el uso de biomasa microbiana. *REVISTA LATINOAMERICANA DE MICROBIOLOGIA-MEXICO-*, 42(3), 131-143.
- Collazo-Bigliardi, S., Ortega-Toro, R., & Chiralt Boix, A. (2018). Isolation and characterisation of microcrystalline cellulose and cellulose nanocrystals from coffee husk and comparative study with rice husk. *Carbohydr Polym*, 191, 205-215. doi: 10.1016/j.carbpol.2018.03.022
- Cuervo, L., Folch, J. L., & Quiroz, R. E. (2009). Lignocelulosa como fuente de azúcares para la producción de etanol. *BioTecnología*, 13(3), 11-25.
- Chávez-Sifontes, M., & Domine, M. E. (2013). Lignina, estructura y aplicaciones: métodos de despolimerización para la obtención de derivados aromáticos de interés industrial. *Avances en ciencias e Ingeniería*, 4(4), 15-46.

- Chávez, J. L., Martínez, S., Contreras, M., & Escamilla, E. (2004). Celulosa bacteriana en *gluconacetobacter xylinum*: biosíntesis y aplicaciones. *Tip Revista Especializada en Ciencias Químico-Biológicas*, 7(1).
- Cherian, B. M., Pothan, L. A., Nguyen-Chung, T., Mennig, G. n., Kottaisamy, M., & Thomas, S. (2008). A novel method for the synthesis of cellulose nanofibril whiskers from banana fibers and characterization. *Journal of agricultural and food chemistry*, 56(14), 5617-5627.
- Dai, H., Ou, S., Huang, Y., & Huang, H. (2018). Utilization of pineapple peel for production of nanocellulose and film application. *Cellulose*, 25(3), 1743-1756. doi: 10.1007/s10570-018-1671-0
- De Almeida, A., Ruiz, J. A., López, N. I., & Pettinari, M. J. (2004). Bioplásticos: una alternativa ecológica. *Química Viva*, 3(3).
- Ferrer Marcelo, Y., León-Rodríguez, M., Michelena-Álvarez, G., Dustet-Mendoza, J. C., Duque-Ortiz, A., Ibañez-Fuentes, M.-L., & Tortoló-Cabañas, K. (2011). Selección de hongos aislados de bagazo de caña con actividad celulasa sobre celulosa cristalina para posibles aplicaciones industriales. *ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*, 45(1), 3-12.
- Franco, A. G., Yépes, P. N. M., & Sánchez, H. A. V. (2009). Pretratamientos de la celulosa y biomasa para la sacarificación. *Scientia et technica*, 15(42), 284-289.
- Ghimire, K. N., Inoue, K., Yamaguchi, H., Makino, K., & Miyajima, T. (2003). Adsorptive separation of arsenate and arsenite anions from aqueous medium by using orange waste. *Water Research*, 37(20), 4945-4953.
- González, J. C. S., Araya, I. U., Chiocca, S. F., Toro, J. P. L., Martínez, G. R., & Ibacache, R. C. (2015). Capacidad buffer de la saliva en presencia de bebidas energéticas comercializadas en Chile, estudio in vitro. *Revista clínica de periodoncia, implantología y rehabilitación oral*, 8(1), 24-30.
- Guerrero, L. C. (2018). Nanocelulosa. *Revista de la Universidad Autónoma de Nuevo Leon*, 15, 13-15.
- Gupta, S., & Babu, B. (2009). Utilization of waste product (tamarind seeds) for the removal of Cr (VI) from aqueous solutions: equilibrium, kinetics, and regeneration studies. *Journal of Environmental Management*, 90(10), 3013-3022.

- Haris, P. I., & Chapman, D. (1995). The conformational analysis of peptides using Fourier transform IR spectroscopy. *Biopolymers: Original Research on Biomolecules*, 37(4), 251-263.
- Herrera Terán, M. P. (2018). *Obtención de nanocelulosa a partir de celulosa de puntas de abacá*. Quito, 2018.
- Ioelovich, M. (2012). Study of cellulose interaction with concentrated solutions of sulfuric acid. *ISRN Chemical Engineering*, 2012.
- Jiang, F., & Hsieh, Y.-L. (2013). Chemically and mechanically isolated nanocellulose and their self-assembled structures. *Carbohydr Polym*, 95(1), 32-40.
- Johar, N., Ahmad, I., & Dufresne, A. (2012). Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products*, 37(1), 93-99.
- Lima, T., & Fernando, E. (2018). *Plan de exportación de café pilado desde la empresa Belcet SA (Portoviejo–Manabí) hacia la Asociación Nacional de Cafeteros (Chinchiná–Caldas)*. Universidad Politécnica Estatal del Carchi.
- Manals-Cutiño, E., Penedo-Medina, M., & Giralto-Ortega, G. (2011). Análisis termogravimétrico y térmico diferencial de diferentes biomásas vegetales. *Tecnología Química*, 31(2), 180-190.
- Maurat, D. C. (2014). Aprovechamiento de los residuos agrícolas provenientes del cultivo de banano para obtener nanocelulosa. *J. Chem. Inf. Model*, 77.
- Mészáros, E. (2004). Comparative study of the thermal behavior of wood and bark of young shoots obtained from an energy plantation. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 72(2), 317-328.
- Miranda, S. P., Cárdenas, G., López, D., & Lara-Sagahon, A. V. (2003). Comportamiento de películas de Quitosán compuesto en un modelo de almacenamiento de aguacate. *Revista de la Sociedad Química de México*, 47(4), 331-336.
- Mite, F., Carrillo, M., & Durango, W. (2010). *Avances del monitoreo de presencia de cadmio en almendras de Cacao, suelos y aguas en Ecuador*. Paper presented at the XII Congreso Ecuatoriano de la Ciencia del Suelo.
- Mora Abril, E. L., Baltar, C., Pinos Velez, V. P., & Benachour, M. (2018). Remoción de plomo de un efluente sintético vía flotación iónica utilizando xantato.

- Morales Silvia, d. I. R. (2015). Hidrólisis ácida de celulosa y biomasa lignocelulósica asistida con líquidos iónicos.
- Neto, W. P. F., Silvério, H. A., Dantas, N. O., & Pasquini, D. (2013). Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from agro-industrial residue—Soy hulls. *Industrial Crops and Products*, 42, 480-488.
- Pacheco, J. L. C., Yee, S. K. M., Zentella, M., & Marvan, J. (2019). Celulosa bacteriana en gluconacetobacter xylinum: Biosíntesis y aplicaciones.
- Pan, J., Plant, J. A., Voulvoulis, N., Oates, C. J., & Ihlenfeld, C. (2010). Cadmium levels in Europe: implications for human health. *Environmental geochemistry and health*, 32(1), 1-12.
- Payán, J. V. (2016). Revolución de bionanomateriales: nanocelulosa a la vista. *Tecnoacademia: Revista de divulgación juvenil*, 1(1), 54-57.
- Phanthong, P., Reubroycharoen, P., Hao, X., Xu, G., Abudula, A., & Guan, G. (2018). Nanocellulose: Extraction and application. *Carbon Resources Conversion*, 1(1), 32-43. doi: 10.1016/j.crcon.2018.05.004
- Pillai, S. S., Deepa, B., Abraham, E., Girija, N., Geetha, P., Jacob, L., & Koshy, M. (2013). Biosorption of Cd(II) from aqueous solution using xanthated nano banana cellulose: equilibrium and kinetic studies. *Ecotoxicol Environ Saf*, 98, 352-360. doi: 10.1016/j.ecoenv.2013.09.003
- Puerta, G. I. (1999). Influencia del proceso de beneficio en la calidad del café.
- Ramos, R., Díaz, P., Guerrero, R., Mendoza, J., & Aragón, A. (2004). Adsorción de Cd (II) en solución acuosa sobre diferentes tipos de fibras de carbón activado. *Revista de la Sociedad Química de México*, 48(3), 196-202.
- Ritter, J. A. (2010). *Water quality*: American Water Works Association.
- Rodríguez, N., & Zambrano, D. (2013). Los subproductos del café: fuente de energía renovable.
- Santos, R. M., Neto, W. P. F., Silvério, H. A., Martins, D. F., Dantas, N. O., & Pasquini, D. (2013). Cellulose nanocrystals from pineapple leaf, a new approach for the reuse of this agro-waste. *Industrial Crops and Products*, 50, 707-714.
- Sun, J., Sun, X., Zhao, H., & Sun, R. (2004). Isolation and characterization of cellulose from sugarcane bagasse. *Polymer degradation and stability*, 84(2), 331-339.
- Vasquez García, P. B., & Mera Vargas, J. A. (2015). LA PRODUCCIÓN LOCAL DE CAFÉ Y SU INCIDENCIA EN LA COMERCIALIZACIÓN EN LA EMPRESA BELCET SA DEL SITIO EL RODEO DE LA PARROQUIA RIOCHICO.

- Wing, R., Doane, W., & Russell, C. (1975). Insoluble starch xanthate: use in heavy metal removal. *Journal of applied polymer science*, 19(3), 847-854.
- Ysambertt, F., González, T., Delgado, N., Bravo, B., Chávez, G., Cáceres, A., . . . Bullón, J. (2009). PROPIEDADES TENSOACTIVAS DE LA LIGNINA EXTRAÍDA DEL "LICOR NEGRO" MODIFICADA POR REACCIONES ASISTIDAS POR MICROONDAS. *Revista Cubana de Química*, 21(3), 65-75.
- Zara, J., Yegres, F., Vargas, N., Cubillan, L., Navas, P., & Márquez-Riquel, M. (2017). Empleo de la Espectroscopia Infrarroja (FT-IR-ATR) como herramienta para la Caracterización del bagazo de caña proveniente de la Sierra Falconiana. *Química Viva*, 16(3), 17-24.
- Zhang, H., Lyu, S., Zhou, X., Gu, H., Ma, C., Wang, C., . . . Guo, Z. (2019). Super light 3D hierarchical nanocellulose aerogel foam with superior oil adsorption. *J Colloid Interface Sci*, 536, 245-251. doi: 10.1016/j.jcis.2018.10.038

ANEXOS

ANEXO 1. Resultado de adsorción atómica de Cadmio (II)



UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
OFERTA DE SERVICIOS Y PRODUCTOS

LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL
INFORME DE RESULTADOS

INF. LAB. AMB 50491
ORDEN DE TRABAJO No. 63113

SOLICITADO POR:	LOZADA ALEX		
DIRECCION DEL CLIENTE:	LATACUNGA-ECUADOR		
MUESTRA DE:	AGUA		
DESCRIPCIÓN:	AGUA CON SINTITIZADO		
FECHA DE RECEPCIÓN:	03/02/2020	HORA DE RECEPCIÓN:	10H39
FECHA DE ANÁLISIS:	DEL 03/02/2020 AL 11/02/2020		
FECHA DE ENTREGA DE RESULTADOS A LA SECRETARÍA:	01/1/2020		
CARACTERÍSTICAS DE LA MUESTRA			
CARACTERÍSTICA:	TRANSPARENTE	ESTADO:	LIQUIDO
			CONTENIDO:
			200 mL
OBSERVACIONES:	* Los resultados que constan en el presente informe se refieren a la muestra entregada por el cliente al OSP. * La fecha de recepción corresponde a la fecha en la que se emite la orden de trabajo.		

RESULTADOS

PARAMETROS	UNIDADES	RESULTADOS	METODOS	INCERTIDUMBRE %
CADMIO	mg/L	11,20	MAM-04 / APHA 3111 B MODIFICADO	-



B.F. ALICIA CEP
RESPONSABLE DEL AREA DE AMBIENTAL



2 / 1

R-GO-01-26



Dirección: Francisco Viteri s/n y Gilberto Gatto Sobral- Teléfonos: 2502-262 / 2502-456, ext. 15,18,21,31,33
Teléfono: 3216740 - E-mail: fcq.osp@uce.edu.ec

Nota. El anexo representa análisis de muestra de agua contaminada con cadmio (II) a un tiempo de 30 minutos

ANEXO 2. Resultado de adsorción atómica de Cadmio (II)



UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
OFERTA DE SERVICIOS Y PRODUCTOS

LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL
INFORME DE RESULTADOS

INF. LAB. AMB 50592
ORDEN DE TRABAJO No. 63221

SOLICITADO POR ¹ :	LOZADA ALEX		
DIRECCIÓN DEL CLIENTE ¹ :	LATACUNGA-ECUADOR		
MUESTRA DE ¹ :	AGUA		
DESCRIPCIÓN ¹ :	45 MINUTOS No1		
FECHA DE RECEPCIÓN:	20/02/2020	HORA DE RECEPCIÓN:	10H50
FECHA DE ANÁLISIS:	DEL 20/02/2020 AL 27/02/2020		
FECHA DE ENTREGA DE RESULTADOS A LA SECRETARÍA:	28/2/2020		
CARACTERÍSTICAS DE LA MUESTRA			
CARACTERÍSTICA:	-	ESTADO:	LIQUIDO
		CONTENIDO:	200 ml.
OBSERVACIONES:	* Los resultados que constan en el presente informe se refieren a la muestra entregada por el cliente al OSP. * La fecha de recepción corresponde a la fecha en la que se emite la orden de trabajo.		

RESULTADOS				
PARAMETROS	UNIDADES	RESULTADOS	MÉTODOS	INCERTIDUMBRE %
* CADMIO	mg/l	2,70	MAM-04 / APHA 3111 B MODIFICADO	-

3: DATOS PROPORCIONADOS POR EL CLIENTE Y DE SU RESPONSABILIDAD.



B.F. ALICIA CEPA
RESPONSABLE DEL AREA DE AMBIENTAL

R-GO-01-26

Dirección: Francisco Viteri s/n y Gilberto Gatto Sobral- Teléfonos: 2502-262 / 2502-456, ext. 15,18,21,31,33
Teléfono: 3216740 • E-mail: fciqosp@uce.edu.ec

Nota. El anexo representa análisis de muestra de agua contaminada con cadmio (II) pH=6 a un tiempo de 45 minutos

ANEXO 3. Resultado de adsorción atómica de Cadmio (II)


UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
OFERTA DE SERVICIOS Y PRODUCTOS
LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL
INFORME DE RESULTADOS

INF. LAB. AMB 50594
ORDEN DE TRABAJO No. 63221

SOLICITADO POR ¹ :	LOZADA ALEX			
DIRECCION DEL CLIENTE ¹ :	LATACUNGA-ECUADOR			
MUESTRA DE ¹ :	AGUA			
DESCRIPCIÓN ¹ :	100 ppm No3			
FECHA DE RECEPCIÓN:	20/02/2020	HORA DE RECEPCIÓN:	10H50	
FECHA DE ANÁLISIS:	DEL 20/02/2020 AL 27/02/2020			
FECHA DE ENTREGA DE RESULTADOS A LA SECRETARIA:	28/2/2020			
CARACTERÍSTICAS DE LA MUESTRA				
CARACTERÍSTICA:	-	ESTADO:	LIQUIDO	CONTENIDO:
				200 mL
OBSERVACIONES:	* Los resultados que constan en el presente informe se refieren a la muestra entregada por el cliente al OSP. * La fecha de recepción corresponde a la fecha en la que se emite el orden de trabajo.			

RESULTADOS

PARAMETROS	UNIDADES	RESULTADOS	METODOS	INCERTIDUMBRE %
* CADMIO	mg/L	40,00	MAM-04 / APHA 3111 B MODIFICADO	-

3: DATOS PROPORCIONADOS POR EL CLIENTE Y DE SU RESPONSABILIDAD.



B.F. ALICIA CEPA
RESPONSABLE DEL AREA DE AMBIENTAL

R-GO-01-26


 Dirección: Francisco Viteri s/a y Gilberto Gatto Sobral- Teléfono: 2502-262 / 2502-456, ext. 15,18,21,31,33
 Teléfono: 3216740 - E-mail: foqosp@uce.edu.ec

Nota. El anexo representa análisis de muestra de agua contaminada con cadmio (II) a Co 100ppm

ANEXO 4. Resultado de adsorción atómica de Cadmio (II)



UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
OFERTA DE SERVICIOS Y PRODUCTOS

LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL
INFORME DE RESULTADOS

INF. LAB. AMB 50595
ORDEN DE TRABAJO No. 63221

SOLICITADO POR ¹ :	LOZADA ALEX		
DIRECCIÓN DEL CLIENTE ¹ :	LATACUNGA-ECUADOR		
MUESTRA DE ¹ :	AGUA		
DESCRIPCIÓN ¹ :	200 ppm No4		
FECHA DE RECEPCIÓN:	20/02/2020	HORA DE RECEPCIÓN:	10H50
FECHA DE ANÁLISIS:	DEL 20/02/2020 AL 27/02/2020		
FECHA DE ENTREGA DE RESULTADOS A LA SECRETARÍA:	28/2/2020		
CARACTERÍSTICAS DE LA MUESTRA			
CARACTERÍSTICA:	-	ESTADO:	LIQUIDO
		CONTENIDO:	200 ml.
OBSERVACIONES:	* Los resultados que constan en el presente informe se refieren a la muestra entregada por el cliente al OSP. * La fecha de recepción corresponde a la fecha en la que se emite el orden de trabajo.		

RESULTADOS

PARAMETROS	UNIDADES	RESULTADOS	MÉTODOS	INCERTIDUMBRE %
* CADMIO	mg/L	100,00	MAM-04 / APHA 3111 B MODIFICADO	-

3) DATOS PROPORCIONADOS POR EL CLIENTE Y DE SU RESPONSABILIDAD.



B.F. AUCIA CEPA
RESPONSABLE DEL AREA DE AMBIENTAL



4 5 1 1

R-GO-01-26

Dirección: Francisco Viteri s/n y Gilberto Gatto Sobral- Teléfono: 2502-262 / 2502-456, ext. 15,18,21,31,33
Teléfono: 3216740 - E-mail: fcy.osp@uce.edu.ec

Nota. El anexo representa análisis de muestra de agua contaminada con cadmio (II) a Co 200ppm

ANEXO 6. Resultado de adsorción atómica de Cadmio (II)


UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
 FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
 OFERTA DE SERVICIOS Y PRODUCTOS

LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL
INFORME DE RESULTADOS

INF. LAB. AMB 50597
 ORDEN DE TRABAJO No. 63221

SOLICITADO POR ¹⁾	EDGADA ALEX			
DIRECCIÓN DEL CLIENTE ¹⁾	LATACUNGA-ECUADOR			
MUESTRA DE ¹⁾	AGUA			
DESCRIPCIÓN ¹⁾	TIEMPO 15 MINUTOS No6			
FECHA DE RECEPCIÓN:	20/02/2020	HORA DE RECEPCIÓN:	10H50	
FECHA DE ANÁLISIS:	DEL 20/02/2020 AL 27/02/2020			
FECHA DE ENTREGA DE RESULTADOS A LA SECRETARÍA:	28/2/2020			
CARACTERÍSTICAS DE LA MUESTRA				
CARACTERÍSTICA:	ESTADO:	LIQUIDO	CONTENIDO:	300 mL
OBSERVACIONES:	¹⁾ Los resultados que constan en el presente informe se refieren a la muestra entregada por el cliente al OSP. ²⁾ La fecha de recepción corresponde a la fecha en la que se emite la orden de trabajo.			
RESULTADOS				
PARAMETROS	UNIDADES	RESULTADOS	MÉTODOS	INCERTIDUMBRE %
* CADMIO	mg/L	21,00	MAM-04 / APHA 3111 B MODIFICADO	-

3. DATOS PROPORCIONADOS POR EL CLIENTE Y DE SU RESPONSABILIDAD.



B.F. ALICIA CEPA
 RESPONSABLE DEL ÁREA DE AMBIENTAL


B 1/1
R-GO-01-26

Dirección: Francisco Vitorri s/n y Gilberto Gatto Sobral- Teléfono: 2502-262 / 2502-456, ext. 15,18,21,31,33
 Teléfono: 3216740 - E-mail: fvg.osp@uce.edu.ec

Nota. El anexo representa análisis de muestra de agua contaminada con cadmio (II) a un tiempo de 15 minutos

ANEXO 7. Resultado de adsorción atómica de Cadmio (II)



UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
OFERTA DE SERVICIOS Y PRODUCTOS

LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL
INFORME DE RESULTADOS

INF. LAB. AMB 50598
ORDEN DE TRABAJO No. 63221

SOLICITADO POR ¹ :	LOZADA ALEX		
DIRECCION DEL CLIENTE ¹ :	LATACUNGA-ECUADOR		
MUESTRA DE ¹ :	AGUA		
DESCRIPCIÓN ¹ :	TIEMPO 60 MINUTOS No7		
FECHA DE RECEPCIÓN:	20/02/2020	HORA DE RECEPCIÓN:	10H50
FECHA DE ANÁLISIS:	DEL 20/02/2020 AL 27/02/2020		
FECHA DE ENTREGA DE RESULTADOS A LA SECRETARIA:	28/2/2020		
CARACTERÍSTICAS DE LA MUESTRA			
CARACTERÍSTICA:	-	ESTADO:	LIQUIDO
		CONTENIDO:	200 mL
OBSERVACIONES:	<p>* Los resultados que constan en el presente informe se refieren a la muestra entregada por el cliente al OSP. * La fecha de recepción corresponde a la fecha en la que se emite la orden de trabajo.</p>		

RESULTADOS				
PARAMETROS	UNIDADES	RESULTADOS	MÉTODOS	INCERTIDUMBRE %
* CADMIO	mg/l	7,00	MAM-04 / APHA 3111 B MODIFICADO	-

3) DATOS PROPORCIONADOS POR EL CLIENTE Y DE SU RESPONSABILIDAD.



B.F. ALICIA CEPEDA
RESPONSABLE DEL ÁREA DE AMBIENTAL

R-GO-01-26

Dirección: Francisco Viteri s/n y Gilberto Gato Sobral- Teléfonos: 2502-262 / 2502-456, ext. 15,18,21,31,33
Teléfono: 3216740 - E-mail: fgoosp@puce.edu.ec

Nota. El anexo representa análisis de muestra de agua contaminada con cadmio (II) a un tiempo de 60 minutos, Co= 50 ppm y 1.5 g de biosorbente.

ANEXO 8. Resultado de adsorción atómica de Cadmio (II)



UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
OFERTA DE SERVICIOS Y PRODUCTOS

LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL
INFORME DE RESULTADOS

INF. LAB. AMB 50598
ORDEN DE TRABAJO No. 63221

SOLICITADO POR ¹ :	LOZADA ALEX			
DIRECCION DEL CLIENTE ² :	LATAJUNGA-ECUADOR			
MUESTRA DE ³ :	AGUA			
DESCRIPCIÓN ⁴ :	TIEMPO 60 MINUTOS No7			
FECHA DE RECEPCIÓN:	20/02/2020	HORA DE RECEPCIÓN:	10H30	
FECHA DE ANÁLISIS:	DEL 20/02/2020 AL 27/02/2020			
FECHA DE ENTREGA DE RESULTADOS A LA SECRETARÍA:	28/2/2020			
CARACTERÍSTICAS DE LA MUESTRA				
CARACTERÍSTICA:	-	ESTADO:	LIQUIDO	
		CONTENIDO:	200 mL	
OBSERVACIONES:	* Los resultados que constan en el presente informe se refieren a la muestra entregada por el cliente al OSP. * La fecha de recepción corresponde a la fecha en la que se emite la orden de trabajo.			
RESULTADOS				
PARAMETROS	UNIDADES	RESULTADOS	METODOS	INCERTIDUMBRE %
* CADMIO	mg/L	7,60	MMA-04 / APHA 3111 B MODIFICADO	-

3: DATOS PROPORCIONADOS POR EL CLIENTE Y DE SU RESPONSABILIDAD.




B.F. ALICIA CEPÁ
RESPONSABLE DEL ÁREA DE AMBIENTAL

R-GO-01-26

Dirección: Francisco Viteri s/n y Gilberto Gatto Sobral- Teléfonos: 2502-262 / 2502-456, ext. 15,18,21,31,33
Teléfono: 3216740 - E-mail: fcy.osp@uce.edu.ec

Nota. El anexo representa análisis de muestra de agua contaminada con cadmio (II) pH=6 a un tiempo de 60 minutos.

ANEXO 9. Resultado de adsorción atómica de Cadmio (II)


UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
OFERTA DE SERVICIOS Y PRODUCTOS

LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL
INFORME DE RESULTADOS

INF. LAB. AMB 50593
 ORDEN DE TRABAJO No. 83221

SOLICITADO POR ¹ :	LOZADA ALEX		
DIRECCIÓN DEL CLIENTE ² :	LATACUNGA-ECUADOR		
MUESTRA DE ³ :	AGUA		
DESCRIPCIÓN ⁴ :	45 MINUTOS No2		
FECHA DE RECEPCIÓN:	20/02/2020	HORA DE RECEPCIÓN:	10H50
FECHA DE ANÁLISIS:	DEL 20/02/2020 AL 27/02/2020		
FECHA DE ENTREGA DE RESULTADOS A LA SECRETARÍA:	28/2/2020		
CARACTERÍSTICAS DE LA MUESTRA			
CARACTERÍSTICA:	ESTADO:	LIQUIDO	CONTENIDO: 200 ml.
OBSERVACIONES:	¹ Los resultados que constan en el presente informe se refieren a la muestra entregada por el cliente al OSP. ² La fecha de recepción corresponde a la fecha en la que se emite la orden de trabajo.		

RESULTADOS				
PARAMETROS	UNIDADES	RESULTADOS	MÉTODOS	INCERTIDUMBRE %
CADMIO	mg/l	0,72	MAM-04 / ALPHA 3111 B MODIFICADO	11,08

3: DATOS PROPORCIONADOS POR EL CLIENTE Y DE SU RESPONSABILIDAD.


 Instituto de Acreditaciones Ecuadoriana
 Acreditación N° OAE LE 10 04-002, LABORATORIO DE ENSAYOS
 Los ensayos marcados con (*) NO están incluidos en el alcance de la acreditación del IIAE


B. S. ALICIA CEPA
 RESPONSABLE DEL ÁREA DE AMBIENTAL

R-GO-01-26


 Dirección: Francisco Viteri s/n y Gilberto Gatto Sobral. Teléfonos: 2502-262 / 2502-456, ext. 15,18,21,31,33
 Teléfons: 3218740 - E-mail: fqaosp@unice.edu.ec

Nota. El anexo representa análisis de muestra de agua contaminada con cadmio (II) a un tiempo de 45 minutos, Co= 50 ppm y 4 g de biosorbente.